UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

ROBSON SILVA BUSSOLOTI

**Ferrita Delta em Parafusos Tratados Termicamente – Caracterização e
Consequências**

São Carlos
2014

ROBSON SILVA BUSSOLOTI

Ferrita Delta em Parafusos Tratados Termicamente – Caracterização e Consequências

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais.

Orientador: Profa. Dra. Lauralice de Campos Franceschini Canale

Versão Corrigida
Original na unidade

**São Carlos
2014**

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

B981f Bussoloti, Robson Silva
Ferrita delta em parafusos tratados termicamente:
caracterização e consequências / Robson Silva Bussoloti
; orientadora Lauralice de Campos Franceschini Canale. -
São Carlos, 2014.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em
Ciências e Engenharia de Materiais e Área de
Concentração em Desenvolvimento, Caracterização e
Aplicação de Materiais - Escola de Engenharia de São
Carlos da Universidade de São Paulo, 2014.

1. Fosfato. 2. Desfosfatização. 3. Ferrita δ .
4. Fadiga. 5. Parafuso. 6. Fragilização. I. Título.

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Tecnólogo **ROBSON SILVA BUSSOLOTI**.

Título da dissertação: "Ferrita delta em parafusos tratados termicamente – caracterização e consequências".

Data da defesa: 29/07/2014

Comissão Julgadora:

Resultado:

Profa. Associada **Lauralice de Campos Franceschini Canale**
(Orientadora)
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

APROVADO

Prof. Dr. **Wilson Carlos da Silva Junior**
(Instituto Federal de São Paulo/IFSP)

APROVADO

Prof. Dr. **Cleyton Fernandes Ferrarini**
(Universidade Federal de São Carlos/UFSCar - Campus Sorocaba)

APROVADO

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais:
Prof. Titular **Waldek Wladimir Bose Filho**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:
Prof. Associado **Paulo César Lima Segantine**

À Deus por tudo que Ele representa em minha vida.

A minha esposa e filha, pela compreensão e apoio, principalmente nos momentos mais difíceis no período de elaboração de estudos para dissertação.

Ao meu pai José Bussoloti.

A minha mãe Marlene da Silva Bussoloti, pelo incentivo dado em toda minha vida.

Aos amigos que sempre me apoiaram.

***Aos meus familiares e amigos,
por todo incentivo e carinho***

AGRADECIMENTOS

O que vale na vida não é o ponto de partida e sim a caminhada. Caminhando e semeando, no fim terás o que colher. E, nestes tempos de estudos, tive a oportunidade de colher os melhores frutos oriundos da persistência coragem decisão e altruísmo. Com esse espírito que agradeço a minha orientadora Profa. Dra. Luralice de Campos Franceschini Canale, que nos anos agradáveis de convivência na USP muito me ensinou contribuindo para meu crescimento científico e intelectual.

Ao Dr. George Totten pela oportunidade de trabalhar neste projeto.

Ao Sr. Lindolfo Pascutti pela compreensão e ajuda.

Especialmente para os Srs Ivan Reszecki e Paulo Roberto diretores da empresa Metaltork que me deram oportunidade de realizar este trabalho.

A Metaltork e Fundação Salvador Arena pelo suporte oferecido como apoio para o desenvolvimento desta dissertação.

Ao Eng. Alexandre Marcelo Pereira e Eng Leandro Augusto Aquino Grupo Gerdau pela realização dos ensaio de Fadiga.

Ao colega Victor Luiz Barioto da Secretaria de Pós-Graduação Ciência e Engenharia de Materiais – USP e aos amigos João Gilberto e Cleber Michel Chiqueti pela orientação na fase final do trabalho.

À Escola de Engenharia de São Carlos, pela oportunidade de realização do curso de mestrado.

Enfim, a todos que de uma forma ou outra estiveram envolvidos direta ou indiretamente na realização desde trabalho, e na participação desta etapa da minha vida, os meus sinceros agradecimentos.

Muito obrigado a todos!

"Se não houver frutos,
Valeu a beleza das flores.
Se não houver flores,
Valeu a sombra das folhas.
Se não houver folhas,
Valeu a intenção da semente".

Henfil
(Cartunista e Colunista)

RESUMO

BUSSOLOTI, R. S. **Ferrita delta em parafusos tratados termicamente** – caracterização e consequências. 2014. 87p. Dissertação de Mestrado –Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2014.

Nos processos de fabricação de parafusos, a fosfatização é necessária para servir de ancoradouro aos lubrificantes, e outros redutores de atrito, por facilitarem o processo de deformação a frio. No entanto, antes do início do tratamento térmico de têmpera e revenimento, é importante que o banho de desfosfatização seja eficiente para impedir que, durante a austenitização, o fósforo residual presente na superfície do parafuso se difunda para o aço e forme uma fase frágil, rica em fósforo, denominada ferrita delta (δ).

Acredita-se que esta fase, uma vez presente, promove não apenas a diminuição da vida em fadiga mas, também, a fragilização do parafuso. Neste sentido, o presente trabalho objetivou comprovar a influência negativa dessa fase, devidamente caracterizada por MEV, EDS e análise fractográfica, quanto ao desempenho à fadiga, através da comparação das curvas S-N em corpos de prova com e sem ferrita δ . Os resultados obtidos claramente evidenciaram que a presença da fase δ promoveu uma redução de até 40% na vida em fadiga.

Palavras-chave: Fosfato. Desfosfatização. Ferrita delta. Fadiga. Parafuso. Fragilização.

ABSTRACT

ROBSON, S.B. **Delta ferrite in heat treated bolts** - characterization and consequences. 2014. 87p. M.Sc. Dissertation – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2014.

In the process of manufacturing bolts, a coat phosphating is required to serve as anchorage for lubricants and other friction-reducer, facilitating the cold forming process. However, before the beginning heat treatment of quenching and tempering, it is important that the alkaline bath for cleaning be efficient in order to prevent that during austenitizing, the residual phosphorus spread on the steel surface and forms a brittle phase, rich in phosphorus, called delta ferrite (δ). In the presence of this phase, is credited with a decrease in fatigue life of the bolt and embrittlement. The intention in this work was to show the negative influence of this phase on fatigue performance, comparing the S-N curves for specimens with and without ferrite δ . Trials have shown a reduction of up to 40% in life fatigue. The ferrite δ was characterized by SEM, EDS and also performed fractographic analysis.

Key Words: Phosphate. Phosphorus. delta ferrite. Fatigue. Bolts. Embrittlement.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Camada Branca de Ferrita Delta (Fosfeto de ferro) na superfície do parafuso 1000x. Espessura de 18 μm . Ataque Nital 3%	32
Figura 2: a) Recebimento da matéria prima em forma de bobina. b) Microscopia da superfície antes da fosfatização. Sem ataque, sem polimento. 1000x	33
Figura 3: Condição da superfície após processo de fosfatização. 1000x sem ataque	33
Figura 4: Mecanismos de formação da camada de fosfato	36
Figura 5: Etapas do processo de fosfatização	38
Figura 7: Esquema ilustrativo do processo de trefilação.	39
Figura 8: Fio sendo trefilado	39
Figura 9: a) Metal sem deformação. b) Metal conformado a frio	40
Figura 10: Trinca tipo Chevron formada por condições desfavoráveis de processo	40
Figura 11: Metalografias da condição de esferoidização: Esferoidização insatisfatória a),b),c) e d); Condição ideal e) e f	41
Figura 12: Trinca 45° originada por uma microestrutura com grau de esferoidização inadequado e baixa ductilidade para conformação do sextavado	41
Figura 13: a) Sequência de forjamento a frio do parafuso sextavado. b) Vista superior	42
Figura 14: Perfis da rosca obtidas por laminação mostrando o encruamento no fundo do filete a) e por usinagem b)	42
Figura 15: Processos de laminação de rosca a) Manual, b) Automática	43
Figura 16: Tabela de propriedades mecânicas de parafusos têmperados e revenidos conforme ISO898 Propriedades mecânicas. Na cabeça do parafuso é gravado a classe de resistência do parafuso	44
Figura 17: Máquina de lavar por spray (desfosfatização)	44
Figura 18: Diagrama CCT do aço SAE9254 em vermelho a curva de resfriamento ilustrando a têmpera para este aço	45
Figura 19: Produto de transformação da têmpera: Martensita. 1000x ataque Nital 2%.	45
Figura 20: Estrutura tetragonal da martensita em uma liga Fe-C. Átomos de carbono aprisionados na posição em z dos espaços octaédricos. Os espaços x e y estão desocupados. Fonte: Cohen (1962).	46
Figura 21: a) Estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) originado na austenita. b) A célula unitária TCC antes da deformação (esquerda) e depois da deformação dos parâmetros (Deformação de Bain) da austenita para martensita. (direita)	47
Figura 22: Mudanças no parâmetro c (Linha Superior) e o parâmetro a (Linha Inferior) da martensita em uma liga Fe-C é em função do teor de carbono	48
Figura 23: Perda da tetragonalidade da martensita devido a difusão de carbono no revenimento.	48
Figura 24: Aço SAE 5135 a) Microestrutura martensita mesmo aço revenido a 650°C produzindo a microestrutura da martensita revenida (foto b)).	49

1000x Ataque Nital 2%

Figura 25: Incremento progressivo de escorregamento em amostra em níquel policristalino sujeito a carregamento cíclicos com formação das bandas persistentes de escorregamento	51
Figura 26 – Representação esquemática comparando carregamentos: a) estático; b) cíclico – geração de extrusões e intrusões nas regiões das bandas de deformação persistentes	52
Figura 27: Trinca com propagação através da banda persistente de deformação. a) Representação esquemática de propagação de trinca por fadiga. b) Super liga a base de níquel	52
Figura 28: Mecanismo para formação de extrusão e intrusões na superfície do material	53
Figura 29: Bandas persistentes de deformação BPD, formada durante o processo de fadiga do Estágio I e crescimento da trinca no estágio II	54
Figura 30: a) MEV da Fratura de aço eutetoíde, com presença de uma grande inclusão. b) EDS da inclusão	55
Figura 31: a) Seção longitudinal de fio máquina, apresentando inclusão fragmentada sem ataque MEV. b) Spectro de Raio X característico da inclusão apresentada em a)	55
Figura 32: Nucleação de trincas no cobre a partir da interação entre bandas de deslizamentos primário e contorno de grão	56
Figura 33: Amostra com superfície enriquecida com fósforo apresentando microtrincas após o processo de aperto	57
Figura 34: Efeito do conteúdo de fósforo na curva S-N de aço cementados SAE4320. Concentração é expressada em porcentagem em peso	58
Figura 35: a) Ponta do impacto b) Zona comprimida pela ação da granalha	59
Figura 36: Aço SAE 1010 a) Superfície não Tratada por Shot Peening. b) Superfície da peça submetida a deformação plástica por Shot Peening. 400x Ataque Nital 2%	60
Figura 37: Exemplos de casos de fratura por corrosão-fadiga em aço ao carbono	61
Figura 38: Representação esquemática de um possível modelo de mecanismo de fragilização por hidrogênio	62
Figura 39: Fratura de Fadiga, Aço cementado AISI 8620 de um eixo redutor	62
Figura 40: Exemplo de máquina de ensaio de fadiga. Fonte:Instron Model RRM, High Speed Rotating Beam Fatigue Machine.	63
Figura 41: Representação dos esforços aplicados em ensaio de flexão rotativa.	64
Figura 42: Representação esquemática do teste de fadiga por flexão-rotativa da máquina “Nakamura” Fonte: Vatavuk (2003)	67
Figura 43: Equipamento de teste de fadiga "Nakamura". Cortesia: Gerdau.	67
Figura 44: a) MEV Cristal de fosfato 700x. b) EDS da camada fosfatizada.	69
Figura 45: Comparação de peças após a desfosfatização com de solução de molibdato de amônio.	69
Figura 46: Aspecto microestrutural das amostras mostrando a microestrutura do substrato de aço formado por martensita revenida a) e b) Camada Branca da Ferrita Delta com espessura de 20µm c) Isento da camada Branca “Delta Ferrita”. Ataque: Nital 3% 1000x	70

Figura 47: Detalhes da microtrincas na camada branca	70
Figura 48: Diagrama Ferro- Fósforo Metallography, Structures and Phase Diagrams (1973)	71
Figura 49: EDS da Ferrita δ	72
Figura 50: Resultados do teste Nakamura para carregamento de 840, 790 e 740 Mpa	73
Figura 51: Aspecto da fratura após teste de dobramento. a) Amostras isento de ferrita delta e b) Amostras com ferrita delta apresentando micro trincas na superfície. Aumento: 50x	74
Figura 52: Aspecto da fratura após ensaio de fadiga. Caracterização por MEV, nas condições: isento de ferrita delta a) e b) e apresentando a ferrita delta c); d); e) e f)	75

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Quadro de dureza x temperatura de revenimento para os principais Materiais e classe de resistência utilizado na fabricação de parafusos, (*) Não recomendado a utilização destes aços para classe 11.9 e 12.9	50
Tabela 2: Composição química do arame % em peso, obtido por espectrometro por emissão ótica modelo PDA-Shimadzu	65
Tabela 3: Resultados do ensaio de Fadiga Nakamura Tensão x Número de ciclos	73

LISTA DE SIGLAS

AISI	American Iron and Steel Institute ou Instituto Americano de Aço e Ferro
ASTM	American Society for Testing and Materials
ASM	American Society for Metals ou Sociedade Americana para Metais
BPD	Bandas persistentes de deformação
C	Carbono
CCC	Cúbico de corpo centrado
CFC	Cúbico de face centrado
Cr	Cromo
Cu	Cobre
EDS	Energy Dispersive System ou Sistema de Energia Dispersiva
F	Carga instantânea
Fe ₃ P	Fosfeto de ferro
FBC	Fadiga de baixo ciclo
FAC	Fadiga de alto ciclo
GPa	Giga Pascal (10^9 . Pascal, onde $1 \text{ GPa} = 10^9 \text{ N/m}^2$)
HRC	Dureza Rockwell na escala C
HV	Hardness Vickers (Dureza Vickers)
Hz	Hertz
ISO	International Organization for standardization
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
Me	Metal
Min.	Mínimo
Mn	Manganês
Mo	Molibdênio
MPa	Mega Pascal (10^6 . Pascal, onde $1 \text{ MPa} = 10^6 \text{ N/m}^2$)
N1	Número de ciclos
N/mm ²	Newton por milímetro quadrado
NM	Norma Mercosul
Ni	Níquel
P	Fósforo
P _Q	Carga de ruptura
P _{max}	Carga máxima
Psi	Pound fource per square inch ou libra força por polegada quadrada
R	Razão de carregamento
s	Segundos
S	Enxofre
S x N	Tensão x Número de ciclos
S2	Para uma dada tensão
SAE	Society of Automotive Engineers ou Sociedade de Engenharia Automotiva
Si	Silício
Sn	Estanho
TCC	Tetragonal de corpo centrado

LISTA DE SIMBOLOS

da/dN	Taxa de propagação de trinca
$R = \sigma_{\text{máx}} / \sigma_{\text{min}}$	Razão de tensão
(hkl)	Plano
[uvw]	Direção
°C	Graus Celsius
$\varnothing$	Diâmetro
%	Porcentagem
%p	Porcentagem em peso
γ	Gama
α	Alfa
σ_{max}	Tensão máxima de tração
σ_{min}	Tensão mínima de compressão
σ_m	Tensão média
σ_i	Intervalo de tensões
σ_a	Amplitude da tensão
σ	Tensão de engenharia
σ_m	Tensão média no Limite em Fadiga
$\sigma_a = (\sigma_{\text{máx}} - \sigma_{\text{min}})/2$	Amplitude de tensão
$\sigma_m = (\sigma_{\text{máx}} + \sigma_{\text{min}})/2$	Tensão média
$\Delta K (K_{\text{max}} - K_{\text{min}})$	Fator cíclico de intensidade de tensão
$\Delta\sigma = \sigma_{\text{máx}} - \sigma_{\text{min}}$	Faixa de tensão
ϵ	Deformação de engenharia
$Y = f(a/w)$	Fator geométrico ou de forma
δ	Fase delta rica em fósforo

SUMÁRIO

1- INTRODUÇÃO	27
1.1 – OBJETIVO GERAL	28
1.2 - OBJETIVO ESPECÍFICO	28
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	30
2.1- ASPECTOS GERAIS.....	30
2.2 – PRINCIPAIS PROCESSOS DE FABRICAÇÃO DO PARAFUSO E SUAS CARACTERÍSTICAS.....	31
2.3 – FADIGA	49
2.3.1 - MECANISMOS DE INICIAÇÃO DE TRINCAS	50
PRINCIPAIS FATORES QUE EXERCEM INFLUÊNCIA SOBRE A FADIGA	53
2.3.3- EQUIPAMENTO PARA ENSAIO DE FADIGA.....	62
3 - MATERIAIS E MÉTODOS	65
4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES	69
5 – CONCLUSÕES.	77
6 - SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	79
REFERÊNCIAS	81

1- INTRODUÇÃO

A falha de componentes em veículos pode potencializar o risco de acidentes, colocando em perigo a vida de pessoas. Parafusos de alta resistência utilizados na suspensão de auto veículos sofrem grandes solicitações de carga, necessitando de processos de fabricação especialmente delineados para que possam suportar esses esforços, e também garantir um bom desempenho em fadiga.

A falha deste componente, ainda no processo de montagem do veículo em uma montadora, trouxe a necessidade de se estudar as causas desse problema.

Uma investigação deste problema mostrou que tais parafusos apresentavam uma camada branca na superfície, camada esta de grande dureza e fragilidade. Constatou-se que essa camada surgiu em função da presença residual de fósforo proveniente do processo de fosfatização, que se difundiu no aço durante o tratamento térmico.

O processo de fosfatização é necessário, pois serve de ancoradouro a lubrificantes e outros redutores de atrito, facilitando assim, o processo de conformação a frio. Terminada essa etapa, o parafuso sofre um processo de limpeza alcalina antes da têmpera e revenimento. No entanto, se a limpeza não for realizada de maneira eficiente, haverá a formação da fase frágil conforme Cioto et al. (2008), responsável pela falha prematura do parafuso observada durante a montagem do veículo.

Com o objetivo de comprovar a influência negativa dessa fase frágil, chamada de ferrita δ , foram preparados corpos de prova de forma a facilitar o seu surgimento, e desta forma, identificar a resistência à fadiga dessas amostras quando comparadas com outras isentas de ferrita δ .

1.1 – OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho foi comprovar o efeito prejudicial da ferrita δ no desempenho a fadiga.

1.2 - OBJETIVO ESPECÍFICO

Obter a curva S-N (tensão-vida útil em fadiga) verificando assim o desempenho em fadiga dos aços temperados e revenidos de alta resistência mecânica com fase frágil rica em fósforo formada na superfície sob carregamento com amplitude constante, usando o ensaio de fadiga Nakamura.

Caracterizar a fase ferrita δ por microscopia óptica, eletrônica e EDS.

2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1- ASPECTOS GERAIS

O sucesso no processo de conformação depende de muitos fatores, alguns ligados aos parâmetros de processo, como a presença adequada de lubrificantes, pressão, distribuição de tensões e relação de recalque; assim como também àqueles relacionados à qualidade da matéria prima, como por exemplo, adequada microestrutura do aço a ser conformado. Quaisquer desvios dessas condições podem levar a problemas como o surgimento de trincas, perda de vida útil do ferramental e danos à integridade do parafuso. A conformação mecânica a frio para fabricação de parafusos engloba muitos processos, tais como: trefilação de arames, extrusão, recalque, forjamento a frio, etc. Todas estas operações envolvem deformação sem pré-aquecimento do metal, em uma condição em que a temperatura durante a deformação não ultrapasse 500°C. Assim, estas operações requerem uma boa lubrificação da superfície a ser deformada, sendo possível através da aplicação do fosfato seguido da adição de sabão. Os sabões reativos de estearatos alcalinos transformam a camada de fosfato de zinco em um estearato de zinco de alto poder lubrificante que adere à superfície.

Após a conformação mecânica de forjamento e laminação de rosca, os parafusos com classes de resistência superiores a 22HRC necessitam de serem submetidos ao tratamento térmico de têmpera e revenimento. No entanto, a presença do fosfato residual originário da preparação da matéria prima para a conformação acarretará a formação da fase δ (ferrita delta, Fe_3P ou fosfeto de ferro), como mostrado na figura1, caracterizada como uma camada branca.

Figura 1: Camada Branca de Ferrita Delta (Fosfato de ferro) na superfície do parafuso 1000x. Espessura de 18 μm . Ataque Nital 3%

Durante a austenitização, o fósforo residual presente na peça conformada será capaz de difundir para o interior do metal, formando essa fase frágil rica em fósforo. Nestas condições, para evitar a formação da camada branca é recomendada a remoção do fosfato com um tratamento de desfosfatização (desengraxante alcalino com alta concentração, aproximadamente 10%) antes do tratamento térmico de têmpera em atmosferas neutras.

Esta fase rica em fósforo presente na superfície dos parafusos, apresenta elevada dureza, por volta 450 HV, com espessura de camada de 12 μm a 20 μm , e é também extremamente frágil, provocando um decaimento na resistência à fadiga.

2.2 – PRINCIPAIS PROCESSOS DE FABRICAÇÃO DO PARAFUSO E SUAS CARACTERÍSTICAS

Serão descritos, a seguir, os principais processos de fabricação de um parafuso de alta resistência, destacando os principais problemas e as características de cada fase de processamento.

FOSFATIZAÇÃO

No processo de fabricação de parafusos é necessária a preparação da superfície do aço para receber a conformação mecânica.

Dentre uma série de acabamentos, o fosfato e a adição de lubrificantes tem um papel fundamental no êxito da manufatura deste componente.

Figura 2: a) Recebimento da matéria prima em forma de bobina. b) Microscopia da superfície antes da fosfatização. Sem ataque, sem polimento. 1000x

Após o recebimento da matéria prima figura 2, esta deverá passar por um processo de fosfatização, cujo aspecto micrográfico pode ser visto na figura 3.

Figura 3: Condição da superfície após processo de fosfatização a base de cálcio. 1000x sem ataque

O uso de camadas fosfatizadas nas operações de conformação já era conhecido desde 1934. O trabalho de James (1961) mostrou que durante a Segunda Guerra Mundial, a fosfatização foi muito utilizada na Alemanha nas operações de conformação de metais ferrosos, particularmente para produção de munições. De 1944 até 1960, a importância do uso de camadas fosfatizadas para conformação foi aumentando, principalmente quando as operações envolviam deformação sem um pré-aquecimento. Assim, todas estas operações passaram a requerer uma boa lubrificação da superfície a ser deformada, possível somente

através da aplicação de um tratamento de conversão, visto que estas camadas aumentam a capacidade de retenção de lubrificantes. Entre os tratamentos de conversão, a fosfatização é a mais eficiente. As vantagens do uso de camadas fosfatizadas são inúmeras, que de acordo com Freeman (1988), podem ser descritas como:

- Reduzem de maneira significativa o coeficiente de atrito, portanto reduz o gasto de energia para vencer o atrito na conformação;
- Não sofrem destacamento mesmo sob deformação severa;
- Possuem alta aderência e permanecem durante todo o processo de deformação;
- Permitem aumentar a velocidade das operações de deformação;
- Permitem também deformação severas sem a necessidade de tratamentos térmicos intermediários;
- Aumentam a vida útil de matrizes e ferramentas.

O processo de fosfatização, segundo Oliveira(2006), consiste na formação de uma camada cristalina de conversão sobre um substrato metálico, por meio de reações eletroquímicas entre íons dissolvidos em soluções aquosas de ácido minerais, como o fosfórico e o nítrico, formando uma camada insolúvel de fosfato. Metais como níquel, zinco e manganês, podem ser dissolvidos na solução de fosfatização.

As reações de formação da película de fosfato estão relacionadas com a quantidade de ácido livre, ácidos totais, concentração de agentes oxidante, temperatura e tempo de conversão. Todos os processos de fosfatização convencionais são baseados, em soluções de ácido fosfórico de fosfatos primários de ferro, zinco e manganês, as quais podem ser utilizadas separadamente ou em conjunto. As várias reações podem ser representadas por:

A abreviação Me representa o metal e pode ser tanto ferro como zinco ou manganês (ASM Metals Handbook, 1987).

Os cristais de fosfato são utilizados na preparação da superfície para receber outros revestimentos e lubrificantes como, por exemplo, o estearato de sódio (sabão).

A BASE DA CAMADA DE FOSFATO DE ZINCO

Entre as camadas de fosfato, a de zinco, pela sua característica de apresentar cristais grosseiros, que funcionam com um bom suporte à lubrificação e são as mais utilizadas na preparação para conformação a frio. A base da camada de fosfato de zinco é obtida com banhos contendo ácido fosfórico e fosfato diácido de zinco, aceleradores e outros constituintes que são adicionados para obter um maior desempenho, como por exemplo: controle do crescimento dos cristais, um melhor controle da espessura da camada e associados com sabões lubrificantes, obtendo um excelente poder de lubrificação na conformação Rodzewich (1974).

O controle da acidez do banho é um parâmetro fundamental para a boa qualidade do processo. Segundo Scislowki (1991) mostrou que o ácido fosfórico livre é definido como qualquer ácido não combinado, sendo o produto de dissociação completa do ácido fosfórico:

Pode-se verificar, pela reação acima, que o ácido fosfórico livre está diretamente relacionado com a quantidade de cátion de hidrogênio presente na solução, e portanto, é uma função direta do pH do banho. O ácido livre é responsável por um ataque no substrato do aço durante o processo de fosfatização.

A reação de formação de fosfatos diácidos em fosfatos monoácidos e fosfatos neutros está ilustrada esquematicamente nas reações (5) a (7):

A diminuição da acidez livre significa a redução de H^+ na reação (5). Quanto mais baixa for a concentração de H^+ mais a reação se desloca para a direita no sentido de precipitação de fosfato monoácidos neutros.

Conforme Narayanan (1996) mostrou que, se a acidez for mantida baixa, a precipitação de fosfatos insolúveis poderão ocorrer de maneira generalizada, originando camadas irregulares. Quanto menor a temperatura, menor será o teor de ácido livre necessário para manter os fosfatos diácidos em solução.

A fosfatização é o processo eletroquímico generalizado e portanto, as reações de oxiredução na superfície do metal ocorrem em inúmeros microanodos (reação de oxidação (8)) e em inúmeros microcatodos (reação de redução (9) e (10)):

Nos microanodos ocorrem a seguinte reação:

Nos microcatodos ocorrem as seguintes reações:

Durante a fosfatização, a partir de um banho contendo ácido fosfórico e um fosfato metálico diácido, ocorre a formação de gás hidrogênio. A figura 4 é ilustrado o mecanismo de formação da camada de fosfato de zinco.

Figura 4: Mecanismos de formação da camada de fosfato
Fonte: Chemetal (2009)

Conforme Biestek e Weber (1976), a reação responsável da oxidação é exemplificada a seguir:

Os Cristais de Fosfato de Zinco são formados pelas seguintes reações:

Os íons ferro(III) formam o fosfato de ferro III, muito insolúvel, que constitui uma lama, subproduto comum, dos processos de fosfatização. A formação da lama de fosfato (Borra) está descrito conforme a reação (15)

AS PRINCIPAIS ETAPAS NO PROCESSO DE FOSFATIZAÇÃO

Para a aplicação de uma camada de fosfato em um substrato, é necessário limpar completamente a superfície, pois a mesma deve estar livre de quaisquer impurezas, tais como óxidos, óleos, graxas ou partículas sólidas. Materiais estranhos presentes na superfície do substrato podem funcionar como uma barreira e inibir a formação de cristais de fosfato ou podem servir como locais preferenciais para a nucleação e crescimento dos cristais de fosfatos. Em ambos os casos, as camadas obtidas não são uniformes e acarretam um desempenho deficiente (ASM Metals Handbook, 1987). No entanto, deve-se escolher criteriosamente o tipo de pré-tratamento para uma dada aplicação, porque as características de uma camada de fosfato dependem fortemente da preparação da superfície do material.

Nos trabalhos publicados por Biestek e Weber, (1976), constatou-se que as melhores camadas fosfatizadas são obtidas quando as superfícies dos substratos são submetidas a algum tratamento mecânico, tais como: jateamento com gralha, jateamento com areia, escovamento e lixamento. Superfícies assim preparadas apresentam uma rugosidade maior e são mais reativas. Isto favorece a nucleação de cristais de fosfatos determinando a obtenção de camadas de cristais finos.

Entre os diferentes estágios de processo, é realizado lavagem com água com o objetivo de retirar, da superfície do metal, resíduos da solução anterior e evitar a contaminação das soluções subsequentes. A figura 5 mostra as principais sequências do processo de fosfatização.

Figura 5: Etapas do processo de fosfatização

APLICAÇÃO DE ESTEARATO (SABÃO)

Inserido no processo de fosfatização, está um tratamento com estearato de sódio, o qual é indicado para componentes destinados à conformação mecânica. Consiste na imersão da peça fosfatizada em solução de estearato de sódio seguida de secagem. Conforme Freeman (1988) quando se imerge uma peça fosfatizada em uma solução de estearato de sódio, ocorre uma reação entre o fosfato de zinco (constituente da camada fosfatizada) e o estearato de sódio com formação de estearato de zinco e fosfato de sódio, de acordo com a seguinte reação:

(Fosfato de Zinco) + (Estearato de Sódio) → (Estearato de Zinco) + (Fosfato de Sódio)

De acordo com a evolução do processo, ocorre a formação do estearato de zinco que é insolúvel e se adere perfeitamente à superfície da camada fosfatizada, com alto poder de lubrificação. Ao se retirar o produto fosfatizado da solução de sabão, parte da solução de estearato de sódio é arrastada e fica aderida à superfície após a evaporação da água.

A utilização do fosfato associado com o estearato de sódio torna viável o processo de conformação mecânica do parafuso, como trefilação e forjamento a frio (ver figuras 7 e 8).

Figura 7: Esquema ilustrativo do processo de trefilação

Figura 8: Fio sendo trefilado
Fonte: Metaltork (2013)

CONFORMAÇÃO MECÂNICA DE PARAFUSOS

Após a fosfatização e adição de estearato de sódio, o arame segue o processo de conformação mecânica de forjamento e laminação de rosca.

Para as grandes deformações plásticas, a microestrutura trabalhada a frio consiste em grãos alongados, contendo uma estrutura de células de discordâncias relativamente equiaxiais (Dieter, 1981).

Na figura 9 é representada em uma escala mais macroscópica, a estrutura de metais trabalhados severamente a frio, que é caracterizada pelo desenvolvimento de um forte encruamento e produz uma textura cristalográfica como é demonstrado na figura 9b, que é responsável por uma anisotropia no material. Billigmann e Feeldmann, (1979).

Figura 9: a) Metal sem deformação. **b)** Metal conformado a frio
Fonte: Billigmann e Feeldmann (1979)

Nesse processo de conformação, a conformabilidade do material é uma importante característica.

A conformabilidade está relacionada com a extensão em que um material pode ser deformado em um processo de conformação específico, sem a formação de trincas.

As trincas internas se desenvolvem como resultado de "tensões tratativas secundárias", que ocorrem de maneira típica durante o recalque.

Uma situação particular, provocada pelo desenvolvimento de zonas de cisalhamento, devido a uma microestrutura de baixa ductilidade e condições desfavoráveis de atrito superficial, aliadas a uma configuração inadequada do ferramental, frequentemente leva à fratura por cisalhamento, conforme pode ser inferido na figura 10.

Figura 10: Trinca tipo Chevron formada por condições desfavoráveis de processo
Fonte: Metaltork (2014)

Outra condição que influencia a conformabilidade é a condição microestrutural do

aço. A figura 11 ilustra os diferentes graus de esferoidização que podem ser encontrados no aço baixa liga utilizados na fabricação de parafusos.

Figura 11: Metalografias da condição de esferoidização: Esferoidização insatisfatória a),b),c) e d); Condição ideal e) e f)

Fonte: Billigmann e Feeldmann (1979)

Conforme Billigmann e Feeldmann (1979), mostraram que, para elevados graus de deformação é recomendado no mínimo 80% de esferoidização, figura 11, nas condições e) e f). Para as condições de esferoidização inferiores a 80%, figura 11, a), b), c) e d) e atrito desfavorável, trincas de cisalhamento de 45°, poderão ser formadas, como ilustrado na figura 12.

Figura 12: Trinca 45° originada por uma microestrutura com grau de esferoidização inadequado e baixa ductilidade para conformação do sextavado. Fonte: Metaltork (2013)

A conformação a frio continua no sentido de realizar o recalque e obter a peça na forma final.

Na figura 13 mostra uma sequência de estágios de conformação produzidos por forjamento a frio com o objetivo de obter a peça na forma final.

a)

b)

Figura 13: **a)** Sequência de forjamento a frio do parafuso sextavado. **b)** Vista superior
Fonte: Metaltork (2013)

A laminação da rosca emprega uma ferramenta de aço rápido que imprime a rosca no componente ao invés de usiná-lo. As figuras 14 a) e b) ilustram os dois processos: a) rosca laminada e b) rosca usinada.

a)

b)

Figura 14: Perfis da rosca obtidas por laminação mostrando a formação de fibramento no fundo do filete **a)** e por usinagem **b)** Fonte: Colpaert (2008)

Este processo de laminação de rosca tem várias vantagens quando comparado com o processo de corte e usinagem da rosca, podendo-se citar como principal o aumento da vida em fadiga.

Além disso, no processo de usinagem da rosca, dobras e fissuras, podem ser geradas tendendo a enfraquecer ainda mais o componente.

A figura 15 ilustra os dois processos usuais de laminação de rosca: manual e automático.

a)

b)

Figura 15: Processos de laminação de rosca **a)** Manual com rolos, **b)** Automática com pentes

Fonte: Metaltork (2013)

PROCESSO DE TÊMPERA E REVENIMENTO PARA PARAFUSOS

Após o processo de conformação e laminação de rosca, os parafusos de elevada resistência mecânica e apresentando durezas superiores a 22HRC, são submetidos a um tratamento térmico de têmpera e revenimento para adquirirem as propriedades mecânicas requeridas.

A microestrutura que normalmente conduz a melhor combinação de resistência e tenacidade em parafusos é a martensita revenida. Considerando este quesito, a norma de propriedades mecânicas de parafusos ISO898 especifica uma fração mínima de 90% de martensita revenida.

A figura 16 mostra as propriedades mecânicas de parafusos tratados termicamente conforme norma ISO 898(2009).

PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PARAFUSOS CONFORME ISO 898			
CLASSE DE RESISTÊNCIA	8.8	10.9	12.9
RESISTÊNCIA min.	800 MPa	1040 MPa	1220 MPa
ESCOAMENTO min.	640 MPa	900 MPa	1080 MPa
DUREZA HRC	22-32	32-39	39-44

Figura 16: Tabela de propriedades mecânicas de parafusos têmperados e revenidos conforme ISO898
Propriedades mecânicas. Na cabeça do parafuso é gravado a classe de resistência do parafuso
Fonte: ISO (2009)

No entanto, a presença do fosfato residual, no parafuso antes da têmpera, oriundo da preparação da matéria prima ou parafusos já fosfatizados com dureza fora do especificado necessitando de um retrabalho na têmpera e revenimento, acarretará, por difusão durante a austenitização, a formação da fase δ (ferrita delta ou fosfeto de ferro - Fe_3P) na superfície dos parafusos, HÖLLRIGL (1973).

Nestas condições, conforme descritos anteriormente, é recomendada, antes do início do tratamento térmico, a remoção do fosfato com um tratamento de desfosfatização (desengraxante alcalino com alta concentração, aproximadamente 10%). A figura 17 é exemplifica uma máquina de limpeza alcalina.

Figura 17: Máquina de lavar por spray (desfosfatização)
Fonte: Metaltork (2013)

Assim a desfosfatização é o processo que consiste em remover, da superfície metálica, materiais estranhos indesejáveis, tais como, o próprio fosfato, além de óleos e graxa, que

poderiam prejudicar o processo de tratamento térmico.

A transformação martensítica pode ser visualizado no esquema da figura 18, onde é ilustrado a sua formação, partindo do aquecimento no campo austenítico, seguido de resfriamento rápido como mostrado na figura 18.

Figura 18: Diagrama CCT do aço SAE9254. Em vermelho a curva de resfriamento ilustrando a têmpera para este aço

Fonte: Tarim e Peres (2004)

O resfriamento deve ser rápido o suficiente para que se atinja a temperatura do Ms (Início da formação da Martensita) sem que os campos de formação de perlita e bainita sejam atingidos.

Figura 19: Produto de transformação da têmpera do aço SAE9254: Martensita. 1000x ataque Nital 2%

A figura 19 mostra a microestrutura da martensita requerida para a obtenção das propriedades desejadas.

Choen (1962) no trabalho, em *Home Memorial Lecture*, descreveu o desenvolvimento da teoria da alta dureza da martensita nos aços, enfatizando que o carbono aprisionado no interstício octaédrico da estrutura tetragonal tem um importante papel no endurecimento da martensita, (figura 20).

Figura 20: Estrutura tetragonal da martensita em uma liga Fe-C. Átomos de carbono aprisionados na posição em z dos espaços octaédricos. Os espaços x e y estão desocupados

Fonte: Cohen (1962)

A transformação martensítica não envolve difusão e, por consequência, a martensita tem exatamente a mesma composição que a austenita original tinha antes do resfriamento, sem que ocorra a partição dos átomos de carbono. Em vez disso, são presos nos espaços octaédricos de uma estrutura cúbica de corpo centrado produzindo uma nova fase, a martensita. A solubilidade do carbono na estrutura cúbica de corpo centrado é supersaturada a ponto de ocorrerem distorções e formar a estrutura tetragonal de corpo centrado (figura 21).

O parâmetro c da célula unitária é maior quando comparados com os outros parâmetros para este tipo de célula, conforme mostrado na Figura 22.

A martensita é formada por um mecanismo de cisalhamento. Muitos átomos se movem cooperativamente e quase simultaneamente para efetuar a transformação

martensítica, em contraste com o movimento de átomo por átomo através de interfaces durante as transformações dependentes de difusão.

Nos aços, os parâmetros correspondentes mostrado na figura 21 a) foram primeiramente identificados por Bain e os parâmetros de deformação da estrutura cúbica de face centrada (CFC) para tetragonal de corpo centrado (TCC) é referenciado como “Deformação de Bain”. Na figura 22 vê-se que a deformação de Bain produz a contração ao longo do eixo (a) e expansão ao longo do eixo (c) em função da porcentagem de carbono presente no aço.

Figura 21: a) Estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) originado na austenita. b) A célula unitária TCC antes da deformação (esquerda) e depois da deformação dos parâmetros (Deformação de Bain) da austenita para martensita. (direita)

Fonte: Petty (1971)

Figura 22: Mudanças no parâmetro c (Linha Superior) e o parâmetro a (Linha Inferior) da martensita em função do teor de carbono em uma liga Fe-C

Fonte: Cheng et al.(1990)

Geralmente todos os aços temperados estão sujeitos a um tratamento térmico de aquecimento subcrítico chamado de revenimento. O revenimento melhora a tenacidade do aço e reduz a fragilidade.

Se a martensita é aquecida até uma temperatura em que os átomos de carbono possuem a mobilidade suficiente, estes átomos, a partir dos espaços octaédricos passam a se difundir e formar carbonetos de ferro. Como resultado, a tetragonalidade é aliviada, e a martensita é substituído por uma mistura de ferrita e cementita, conforme esquematizado na figura 23 e 24.

Figura 23: Perda da tetragonalidade da martensita devido a difusão de carbono no revenimento

A microestrutura da martensita do aço temperado é muito instável. A razão desta instabilidade inclui:

A supersaturação de átomos de carbono no cristal da estrutura tetragonal de corpo centrado;

A tensão associada com uma estrutura de discordâncias ou estrutura de maclação;

A energia interfacial associada com a alta densidade de discordâncias;

Os contornos das placas ou ripas de martensita e

A presença de austenita retida.

Com o reaquecimento da martensita ocorre a formação de carbonetos; que coalescem e se distribuem em uma matriz ferrítica. A figura 24 compara a martensita com a martensita revenida.

a)

b)

Figura 24: Aço SAE 5135 **a)** Microestrutura martensítica. **b)** Mesmo aço temperado e revenido a 650°C produzindo a microestrutura da martensita revenida. 1000x Ataque Nital 2%

Fonte: Metaltork (2013)

Em função da temperatura do revenimento, diferentes níveis de dureza podem ser obtidos. A tabela 1 mostra as variações na dureza em função da temperatura de revenimento para diversos aços utilizados na fabricação de parafusos.

Tabela 1: Quadro de dureza x temperatura de revenimento para os principais materiais e classe de resistência

utilizado na fabricação de parafusos, (*) Não recomendado a utilização destes aços para classe 11.9 e 12.9

TEMPERATURA DE REVENIMENTO EM FUNÇÃO DO MATERIAL E CLASSE DE RESISTÊNCIA					
MATERIAL	22-32HRC 8.8	25-34HRC 9.8	32-39HRC 10.9	37-42HRC 11.9	39-44HRC 12.9
10B22	470 ± 30°C	460 ± 30°C	400 ± 30°C	*	*
10B22H	470 ± 30°C	460 ± 30°C	400 ± 30°C	*	*
10B30	550 ± 30°C	530 ± 30°C	460 ± 30°C	430 ± 30°C	*
15B30M	520 ± 30°C	510 ± 30°C	450 ± 30°C	420 ± 30°C	*
1038	590 ± 30°C	570 ± 30°C	470 ± 30°C	*	*
1045	590 ± 30°C	570 ± 30°C	470 ± 30°C	*	*
1060	590 ± 30°C	570 ± 30°C	470 ± 30°C	*	*
5135	610 ± 30°C	590 ± 30°C	490 ± 30°C	470 ± 30°C	440 ± 30°C
41Cr4	630 ± 30°C	610 ± 30°C	530, ± 30°C	470 ± 30°C	460 ± 30°C
42CrMo4	630 ± 30°C	610 ± 30°C	520 ± 30°C	470 ± 30°C	460 ± 30°C
4135	640 ± 30°C	620 ± 30°C	530 ± 30°C	490 ± 30°C	480 ± 30°C
4140	640 ± 30°C	620 ± 30°C	550 ± 30°C	490 ± 30°C	480 ± 30°C
4340	640 ± 30°C	630 ± 30°C	550 ± 30°C	520 ± 30°C	500 ± 30°C
8640	640 ± 30°C	630 ± 30°C	540 ± 30°C	520 ± 30°C	500 ± 30°C
86B32	640 ± 30°C	630 ± 30°C	540 ± 30°C	520 ± 30°C	500 ± 30°C

Fonte: Metaltork (2013)

2.3 – FADIGA

Vários componentes de máquinas, veículos e estruturas são muitas vezes sujeitos a carregamentos cíclicos que se repetem no tempo. Estas cargas geradas das tensões cíclicas, podem causar um acúmulo de danos em níveis microscópicos. O material pode ser levado a fratura como resultado de acumulação de danos.

Este processo de acumulação de danos e eventual fratura do material devido ao carregamento cíclico, é chamado de fadiga.

Analisando por microscopia ótica, materiais submetidos a esforços cíclicos podem ser evidenciados bandas de escorregamentos produzidos por deformações plásticas localizadas. Na figura 25 é mostrada as bandas persistentes de deformação (BPD), nestas regiões são frequentes a nucleação de trincas.

FIGURA 25: Incremento progressivo de escorregamento em amostra em níquel policristalino sujeito a carregamento cíclicos com formação das bandas persistentes de escorregamento
Fonte: Fuchs (1993)

2.3.1 - MECANISMOS DE INICIAÇÃO DE TRINCAS

Segundo Rabbi (1998), a microscopia eletrônica de transmissão mostrou que a formação das BPD estão associadas a mecanismos de movimentação de discordâncias específico da deformação cíclica. Estes mecanismos dão origem à uma subestrutura de discordância característica deste tipo de deformação. A técnica de microscopia eletrônica de varredura permitiu revelar os micro mecanismos envolvidos na formação e propagação de trincas de fadiga.

O surgimento de regiões de extrusões e intrusões (figura 26) na superfície do material e eventual nucleação e subsequente propagação de trincas está associado a deslizamentos de planos atômicos e movimentação de discordâncias. As BPD são formadas por um grande conjunto de planos de deslizamentos, a partir das deformações plásticas localizadas com uma subestrutura de discordância bastante diferente do restante do material.

Um dos primeiros modelos propostos (Figura 26b) para explicar a formação das BPD foi proposto por Wood (1958). Enquanto a deformação plástica, em decorrência do escorregamento de planos atômicos, promove uma série de degraus escalonados de maneira crescente na superfície do material a irreversibilidade da deformação plástica cíclica leva a uma rugosidade superficial, com a formação de protuberâncias que afloram e que penetram na superfície do material.

Figura 26 – Representação esquemática comparando carregamentos: **a)** estático; **b)** cíclico – geração de extrusões e intrusões nas regiões das bandas de deformação persistentes

Fonte: Forsyth (1973)

Estas irregularidades são chamadas de extrusões e de intrusões que interceptam a superfície do material. A interface entre uma BPD e a matriz é um plano de descontinuidade, ao longo da qual existem abruptos gradientes na densidade e na distribuição de discordâncias. Deve-se esperar, portanto, que estas interfaces sejam sítios preferenciais para a nucleação de trincas por fadiga. Um exemplo desta nucleação de trinca está evidenciado na figura 27, em que se observa a presença de uma trinca nucleando e crescendo em uma BPD em uma amostra de superliga a base de níquel.

Figura 27: Trinca com propagação através da banda persistente de deformação. **a)** Representação esquemática de propagação de trinca por fadiga. **b)** Super liga a base de níquel

Fonte: Suresh (1991)

Cottrell e Hull (1957) propuseram um mecanismo para a formação de extrusões e intrusões, como pode ser visto na figura 28, que depende da existência de deslizamento em dois sistemas de deslizamentos. Durante a atuação dos componentes de tração do ciclo de

tensões, os dois sistemas operam em sequência produzindo dois degraus na superfície (figura 28 b e c). Quando entra em atuação a componente de compressão, o deslizamento do primeiro sistema a operar dá origem a formação da intrusão (figura 28 d), enquanto que uma extrusão é formada quando o outro sistema de deslizamento opera (figura 28 e).

Figura 28: Mecanismo para formação de extrusão e intrusões na superfície do material
Fonte: Cottrell e Hull (1957)

As bandas são chamadas “persistentes de deformação” devido a dois fatores:

- Primeiro, quando uma seção metalográfica é preparada em um material fatigado, as bandas de deformação são reveladas após ataque químico, indicando a presença de dano local.
 - Segundo, quando a superfície do material é removida por lixamento e polimento do material, as BPD aparecem nos mesmos lugares.
- Consequentemente, os danos para a iniciação de trinca não se localizam apenas na superfície externa do material, mas estendem-se para o seu interior.

Existem dois importantes estágios no crescimentos de trincas:

Estágio I ocorre o crescimento da trinca a partir nas regiões das intrusões e extrusões e o estágio II ocorre a propagação da trinca nas bandas de escorregamentos estas trincas irão propagar aproximadamente perpendicular a tensão aplicada, como pode ser visto na figura 27.

Como se observa na figura 29, a estrutura associada às BPD é uma estrutura constituída de paredes de discordâncias regularmente espaçadas. Assim, este tipo de estrutura favorece, a concentração de deformação plástica no seu interior.

Figura 29: Bandas persistentes de deformação BPD, formada durante o processo de fadiga do Estágio I e crescimento da trinca no estágio II

Fonte: Smallman e Bishop (1999)

PRINCIPAIS FATORES QUE EXERCEM INFLUÊNCIA SOBRE A FADIGA

De acordo com Schijve (1967), existem vários fatores que afetam a vida em fadiga dos componentes.

Alguns deles estão relacionados ao modo de processamento do material, acabamento superficial, outros com a quantidade de impureza nos aços, microestrutura e concentração de tensões residuais. Como também os defeitos superficiais causados por usinagem, queima superficial, trincas. Existem os fatores externos como a temperatura, ambiente químico, modo e frequência de carregamento. Todos estes pontos mencionados precisam ser considerados na avaliação da vida em fadiga dos materiais, pois afetam de modo significativo, a sua resistência.

Pesquisas realizadas por Bergerngren et al. (1985) apresentaram o efeito nocivo das inclusões sobre a resistência a fadiga. Tamanho, morfologia, distribuição e a natureza das inclusões variam bastante, e seus efeitos sobre a fadiga são complexos. Em geral, inclusões grandes são mais nocivas do que as pequenas, e as formas angulares são mais prejudiciais que as esferoidais, como ilustrado nas figuras 30 e 31.

Figura 30: a) MEV da Fratura de aço eutetoíde, com presença de uma grande inclusão esferoidal de óxido. b) EDS da inclusão

Fonte: Colpaert (2008)

Figura 31: a) Seção longitudinal de fio máquina, apresentando inclusão fragmentada sem ataque MEV. b) Espectro de raios X característico da inclusão apresentada em (a).

Fonte: Colpaert (2008)

Um estudo bastante abrangente dos efeitos que as inclusões causam sobre a fadiga foi descrito por Lankford (1977), e indica que os efeitos do tamanho, morfologia, composição química (tipo), orientação, distribuição (localização junto a superfície) e densidade (quantidade) das inclusões são aparentemente, os fatores mais importantes para avaliar a criticidade e a nocividade de inclusões como iniciadoras de trincas em fadiga.

Nos estudos conduzidos por Atkinson e Anderson (2003), foi demonstrada uma relação entre o tamanho de inclusões e propriedades mecânicas. O tamanho da inclusão pode afetar a iniciação das trincas por fadiga, de acordo também com as pesquisas conduzidas por Juvonen (2004). A conclusão relevante destes estudos foi que o tamanho médio das inclusões, variando entre 70 a 90 µm tem um efeito prejudicial no comportamento em fadiga nos aços.

Yang e Zhangz (2004) investigaram o comportamento de inclusões na vida em fadiga

para o aço 42CrMo4. As análises por MEV demonstraram que as trincas de fadiga tiveram início principalmente em inclusões não metálicas. Somente os aços com baixas concentrações de inclusões apresentaram desempenho satisfatório em fadiga de alto ciclo.

Pesquisas conduzidas por Di Schino e Kenny (2003) no aço inoxidável AISI 304 verificaram o efeito do tamanho de grão austenítico de 1 μm a 47 μm , no comportamento da resistência mecânica e fadiga. Os resultados relevantes destas pesquisas mostraram um aumento da resistência mecânica e da resistência à fadiga para os tamanhos de grãos menores.

A figura 32, ilustra a nucleação de trincas em fadiga em cobre policristalino nas regiões onde os escorregamentos interceptam os contornos de grão, entre as bandas persistentes de deformação e os contornos de grãos. Assim, quanto menor o tamanho de grão maiores serão os obstáculos para propagação da trinca.

De acordo com Laird (1979), contornos separando grãos com grandes diferenças de orientações cristalográficas, causam irregularidades que podem ser concentradores de tensão e podem causar a nucleação de trincas em esforços de fadiga.

Figura 32: Nucleação de trincas no cobre a partir da interação entre bandas de deslizamentos primário e contorno de grão

Fonte: Suresh (1991)

Segundo Lampman et al. (1977), a microestrutura da martensita revenida obtida de tratamento térmico de têmpera e revenimento, exibe um comportamento superior em fadiga, quando comparado com qualquer outro tipo de microestrutura, devido ao fato de que esta microestrutura reduz a mobilidade de discordâncias, resultando em um aumento no nível de tensão necessário para que ocorra a movimentação de discordâncias, e também em

um aumento na tensão média na vida infinita em fadiga.

Segundo Starke e Lutjering (1979), os precipitados exercem influência sobre o comportamento em fadiga dos materiais. Isso ocorre devido aos precipitados interagirem com as discordâncias, fazendo barreiras mecânicas ao movimento destas. Dessa forma, os precipitados podem atrasar ou parar o movimento das discordâncias geradas durante o carregamento cíclico aumentando assim a resistência à fadiga.

Cioto et al. (2008) promoveu estudos do efeito deletério da ferrita delta durante o torque de parafusos. Nos estudos realizados, demonstraram que o efeito do fósforo reduziu a coesão intergranular, gerando a formação de microtrincas na superfície, (conforme figura 33). Estas microtrincas são capazes de se propagarem durante os esforços de fadiga.

Figura 33: Amostra com superfície enriquecida com fósforo apresentando microtrincas após o processo de aperto

Fonte: Cioto et al. (2008)

O fósforo também pode ser segregado nos contornos de grãos, nos estudos conduzidos por Wise et al. (2000) demonstraram o efeito do fósforo na vida em fadiga em aço cementado SAE4320. Foi mostrado que o elevado teor de fósforo aumenta sua segregação para os contornos de grãos austenítico e leva um decaimento do limite de fadiga. Na figura 34, é mostrado que, quando o conteúdo do fósforo excede 0,017 em porcentagem de peso, a tensão em fadiga reduz significativamente. Um aumento na porcentagem de fósforo de 0,017 a 0,031 em porcentagem de peso reduz a tensão em fadiga de 1075 para 875MPa.

Figura 34: Efeito do conteúdo de fósforo na curva S-N de aço cementados SAE4320. Concentração é expressada em porcentagem em peso

Fonte: Wise et al. (2000)

Wise et al. (2000) concluiu que a presença do fósforo promove a trinca intergranular em níveis excedendo 0,017 % em peso. A segregação de fósforo reduz a tensão coesiva do contorno de grão, levando a fragilização e, como consequência, a resistência em fadiga também é reduzida.

Cao (2005) reportou que a segregação de fósforo é intensificado quando o conteúdo é maior que 0.07% em peso.

ACABAMENTO SUPERFICIAL

A nucleação de trincas em fadigas ocorre predominantemente em discontinuidades superficiais. O acabamento superficial tem influência sobre a sua resistência a fadiga.

Shijve (1979) demonstrou em suas pesquisas que, para superfícies polidas em metais puros e ligas comerciais, a formação de microtrincas de aproximadamente 100 μm de comprimento, pode consumir de 60% a 80% da vida em fadiga.

Em geral, quanto menor for a rugosidade superficial, maior será a resistência a fadiga. Entretanto, alguns processos de usinagem podem introduzir tensões residuais trativas, e por isso são danosos.

Taylor (1991) comparou o limite de fadiga do aço AISI 4140, usando quatro tipos de superfície usinadas, produzidas por polimento, esmerilhamento, fresamento e plainamento.

Ele encontrou que o limite de fadiga de corpos de provas com superfícies que passaram por esmerilhamento foi diminuído quando comparado com corpos de prova polido. O limite de fadiga diminui com o aumento da rugosidade dos corpos de prova.

EFEITOS DE TENSÃO RESIDUAIS

Frequentemente certas etapas do processamento de ligas metálicas ocasionam tensões internas que são também denominadas tensões residuais. As tensões residuais produzem efeitos semelhantes ao da tensão média aplicada.

Tensões residuais de compressão causam efeitos benéficos na vida em fadiga. Estas tensões de compressão podem ser introduzidas por deformação plástica tratativas de uma fina camada superficial do material. A camada sub-superficial, que se deforma elasticamente, tentará recuperar suas dimensões originais e como consequência introduzirá forças de compressão sobre a camada superficial.

Um dos meios industrialmente empregados para se produzir tensões residuais de compressão é o processo denominado “*Shot Peening*” conforme figuras 35 e 36. Trata-se de bombardear a superfície do material com granalhas de aço ou outro material duro.

No trabalho realizado por Serizawa e Galleno (2005) foi caracterizado o efeito do *shot peening* pela técnica de difração de raios X nas tensões residuais superficiais no aço SAE1010 e concluíram que após o tratamento com *shot peening* foi introduzida tensões compressivas de 310MPa a 520MPa

Figura 35: a) Ponta do impacto b) Zona comprimida pela ação da granalha
Fonte: Serizawa e Galleno (2005)

Figura 36: Aço SAE 1010 **a)** Superfície não tratada por *shot peening*. **b)** Superfície da peça submetida a deformação plástica por *shot peening*. 400x Ataque Nital 2%

Fonte: Serizawa e Galleno (2005)

Outro meio utilizado para induzir a deformação plástica na superfície é o encruamento superficial controlado que também tem efeitos semelhantes ao *shot peening*.

Sempre que possível devem ser evitados os concentradores de tensão, pois diminuem a resistência a fadiga, como por exemplo, cantos vivos, encontro de paredes em peças com diferentes geometrias e mudanças bruscas de seções.

Tratamentos de superfícies como, por exemplo, cementação, nitretação e têmpera superficial, podem aumentar a vida em fadiga pois introduzem tensões compressivas na região superficial do material.

Muitas vezes é possível um efeito sinérgico entre fadiga e corrosão. Este efeito de corrosão associado à tensão foi estudado por Höllrigl (1973), realizados com parafusos de elevada resistência com enriquecimento superficial por difusão com fósforo formando a fase δ . Comprovou que a presença desta fase, associada com carregamento estático de tração e sob um meio corrosivo, levaram a formação de trincas por corrosão sob tensão. A formação de trincas inter cristalinas também foi causada pelo hidrogênio liberado durante o processo de corrosão, que preferencialmente se difunde para a ponta da trinca intensificando as tensões em condições extremas. Esse fato corrobora para a fragilização levando a ruptura de parafusos testados nestas condições.

A figura 37 apresenta dois casos de fratura por corrosão-fadiga.

Duas reações de corrosão com base eletroquímica, anódica e catódica, dominam o processo de corrosão sob tensão em conjunto com tensões mecânicas de tração. A

composição química do meio, incluindo pH e presença de hidrogênio que afeta a reação catódica, a composição e condições metalúrgicas do metal, determinam qual das duas reações parciais é dominante.

A corrosão sob tensão por processo anódico (corrosão por meios ativos-preferenciais) envolve a dissolução do metal durante o início e propagação de trincas sob carregamentos constantes.

A corrosão sob tensão por processo catódico envolve a incorporação de hidrogênio em sítios catódicos na superfície do metal ou nas laterais de uma trinca, e sua subsequente absorção para dentro da estrutura cristalina do metal, agindo também o mecanismo de fragilização por hidrogênio, conforme exemplificado na figura 38.

Figura 37: Exemplos de casos de fratura por corrosão-fadiga em aço ao carbono
Fonte: Becker e Shipley (1992)

As soluções dentro das trincas tornam-se acidificadas, provavelmente pelas reações de hidrólise similares as que ocorrem nos pontos de corrosão puntiforme.

Figura 38: Representação esquemática de um possível modelo de mecanismo de fragilização por hidrogênio
 Fonte: Hertzberg (1993)

2.3.2- ASPECTO DA FRATURA EM FADIGA

A fratura por fadiga contém uma aparência típica, sendo fibrosa na região de propagação da trinca e cristalina na região de ruptura repentina.

O aspecto mais característico é a presença de “marcas de praia” (beach marks), produzidas em consequência de alterações no ciclo de tensões, seja no seu valor ou na frequência de aplicação, assim como paradas intermediárias. A figura 39 mostra fratura típica por fadiga.

Quando a trinca cresce o suficiente, o material não suporta a tensão aplicada e leva à fratura do componente.

FIGURA 39: Fratura de Fadiga, Aço cementado AISI 8620 de um eixo redutor
 Fonte: METALTORK (2014)

A maior característica da presença das marcas de praia são as formações de estrias.

A distância entre duas estrias está relacionada com a velocidade de propagação da trinca, e esta distância varia com a história de carregamento (WULPI, 1993).

2.3.3- EQUIPAMENTO PARA ENSAIO DE FADIGA

Os ensaios de fadiga são realizados em aparelhos constituídos por um sistema de aplicação de cargas, que permitem alterar a intensidade e o sentido do esforço, além de um contador de número de ciclos.

Segue a representação de uma máquina de ensaio de fadiga, conforme figura 40.

Figura 40: Exemplo de máquina de ensaio de fadiga

Fonte: *Instron Model RRM, High Speed Rotating Beam Fatigue Machine*

O ensaio pode ser realizado de diversos modos, de acordo com o tipo de solicitação que se deseja aplicar, podendo ser, de torção, de tração-compressão, de flexão e de flexão rotativa. O ensaio mais usual, realizado em corpos de prova extraídos de barras ou perfis metálicos é o de flexão rotativa.

O ensaio de flexão rotativa consiste em submeter o corpo de prova à solicitação de flexão, enquanto o mesmo é girado em torno de um eixo, devido a um sistema motriz que é acoplado a um contagiros, em uma rotação determinada e constante. Segue a representação dos esforços aplicados, de acordo com a figura 41.

Figura 41: Representação dos esforços aplicados em ensaio de flexão rotativa

Esses ensaios permitem, por exemplo, que se compare a resistência à fadiga de materiais sob diferentes condições.

O ensaio de fadiga que gera a curva $S \times N$ (Tensão x Número de ciclos) e está padronizada pela ASTM, através da norma E 466-82 (*Conducting Constant Amplitude Axial Fatigue Test of Metallic Materials*). Nesse ensaio a característica principal é a tensão limite de resistência à fadiga - σ_m , que consiste no valor de tensão abaixo do qual o material não se fratura por fadiga.

3 - MATERIAIS E MÉTODOS

Neste estudo, foram utilizadas 30 amostras de aço com as seguintes dimensões, $\varnothing$ 4 mm x 700 mm, apresentando a composição química, conforme mostrado na Tabela 2.

Foram preparados dois conjuntos de 15 amostras cada um. Em um grupo foi promovido a formação da fase δ , enquanto no outro foi suprimida.

Tabela 2: Composição química do arame % em peso, obtido por espectrometro por emissão ótica modelo PDA-Shimadzu

C	Mn	Si	Cr	B	P	S	Cu
0.62	0.71	1.3	0.71	0.0001	0.014	0.01	0.04

No primeiro grupo, as amostras foram fosfatizadas em banhos de fosfato de zinco com concentração de 40%. Este banho estava operando na temperatura de 75°C por 10 minutos de imersão, gerando um peso de camada de 40g/m². Estas amostras seguiram para o processo de têmpera e revenimento. O outro grupo de amostras (livre de qualquer resíduo de fosfato) foi submetido a uma limpeza alcalina com hidróxido de sódio com concentração de 10%, na temperatura de 85°C por 20 minutos de imersão para posterior processo de têmpera e revenimento.

De maneira a se verificar a presença de fosfato na superfície para garantir que durante o tratamento térmico de têmpera a camada de ferrita δ fosse formada, usou-se uma solução de molibdato de amônio que era gotejada (2 gotas) sobre a superfície.

Essa solução era composta por:

- 40g de molibdato de amônia;
- 750mL de água destilada;
- 250mL ácido nítrico PA.

Os processos de têmpera e revenimento foram realizados em todas as amostras, utilizando uma atmosfera neutra e uma temperatura de austenitização de 900°C por 1 hora, seguido por resfriamento em polímero Polivinilpirolidona Polydur-C (Houghton) na temperatura de 45°C e com concentração 23%. O revenimento foi realizado com banho de chumbo a 445°C por 1 hora. Depois da têmpera e revenimento o teste de fadiga foi conduzido com 3 carregamentos distintos: 840 MPa; 790MPa e 740Mpa, estas cargas foram escolhidas por corresponderem de 68 a 77 % do limite de escoamento, representando as

principais faixas de aplicação de esforços deste parafusos como a aplicação do torque.

Os resultados permitiram construir uma representação gráfica tipo curva de Wöhler, além da determinação do decaimento na resistência à fadiga decorrente da presença da fase rica em fósforo na superfície do material (ferrita delta).

A figura 42 apresenta um esquema do equipamento utilizado para execução do ensaio de fadiga por flexão-rotativa – “Nakamura” – O equipamento de ensaio de fadiga utilizada pertencente à usina Aços Gerdau, localizada na cidade de Pindamonhangaba no estado de São Paulo, Brasil. Na figura 43 é mostrado este equipamento.

Este ensaio não normatizado, desenvolvido pela “Kobesteeel”, Japão, é adotado pelas principais empresas mundiais de produção de fio de aço trefilado para o setor automotivo Vatauvuk et al. (2003). O ensaio é realizado fixando-se uma ponta do arame (A) no mandril (C) do motor (M), e a outra ponta do arame é apenas apoiada (B). A carga utilizada para conduzir o ensaio é aplicada no meio do arame ($\oplus$) com a colocação de pesos em uma bandeja exercendo esforços de 840, 790 e 740MPa. O dispositivo “contagi-ro” da máquina de teste “Nakamura” paralisa quando ocorre a fratura do arame, registrando a quantidade de ciclos do ensaio. No teste “Nakamura” os arames podem apresentar as seguintes situações:

- Não romper, significando vida infinita;
- Romper por fadiga;
- Romper prematuramente, independente da carga devido defeitos como: impurezas (inclusões) e acabamento superficial.

Figura 42: Representação esquemática do teste de fadiga por flexão-rotativa da máquina “Nakamura”

Fonte: Vatavuk (2003)

Os ensaios de fadiga por flexão-rotativa na máquina “Nakamura” foram conduzidos em uma sala refrigerada, temperatura média de 20°C, reduzindo a influência da temperatura no resultado do ensaio.

Figura 43: Equipamento de teste de fadiga "Nakamura"

Fonte: Gerdau (2013)

A inspeção da microestrutura após têmpera e revenimento foi feita por microscopia óptica e depois da fratura dos corpos de prova foram realizadas a caracterização da superfície por Microscopia Eletrônica por Varredura -MEV.

Na caracterização metalográfica foi utilizado um microscópio Nikon modelo Optphot pertencente a empresa Metaltork e a Microscopia Eletrônica de Varredura foi conduzido pelo equipamento Philips Modelo XL - 30, pertencente ao departamento de Engenharia de Materiais e Metalurgia da Universidade de São Paulo.

Um teste adicional de dobramento foi realizado também nas duas condições superficiais para enfatizar a formação de microtrincas, consistindo de um teste simples onde foi fixada as amostras em uma morsa e manualmente as amostras foram dobradas até a

ruptura. A análise da superfície foi feita por lupa estereoscópica sem ataque a 50x de aumento.

4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES

A figura 44 mostra os cristais de fosfato de zinco formados na superfície das amostras após processo de fosfatização, comprovada pelo EDS.

Figura 44: a) MEV cristal de fosfato 700x. b) EDS da camada fosfatizada

Conforme comentado, parte das amostras foi diretamente para o tratamento térmico de têmpera e revenido, e parte foi submetida a limpeza alcalina e depois seguiram também para a têmpera e revenimento.

Usando a solução de molibdato pode-se verificar se a limpeza foi, ou não, eficiente. A figura 45 mostra as duas condições. A coloração azul imediatamente após a aplicação da solução indica a presença de fosfato, como é observado na figura 45 b). A figura 45 a) mostra a peça isenta de fosfato residual.

Figura 45: Comparação de peças após a desfosfatização com de solução de molibdato de amônio. A) Corpos de prova defosfatizado isento de indicação azul. B) Corpos de prova apresentando indicação azul.

Após a têmpera e o revenido, a dureza obtida nos dois grupos de amostras foi de 43 a 44HRC, compatíveis com os níveis de resistência requeridos para os parafusos da classe 12.9.

Uma análise por microscopia óptica mostrou que as microestruturas em ambos os conjuntos de amostras eram, formadas por martensita revenida. Na região da superfície, como esperado, houve a formação da camada branca (ferrita δ) nas amostras em que o fosfato não foi removido. Essas situações são observadas na figura 46

Figura 46: Aspecto microestrutural das amostras mostrando a microestrutura do substrato de aço formado por martensita revenida **a) e b)** camada branca da ferrita delta com espessura aproximadamente de 20 μ m **c)** Isento da camada branca “ferrita delta”. Ataque: Nital 3% 1000x

A fase δ tem uma dureza elevada, por volta de 450HV, sendo baixa a tenacidade e extremamente frágil. Usualmente microtrincas são formadas nesta camada branca, como pode ser visto na figura 46 a) e evidenciado na figura 47.

Figura 47: Detalhes das microtrincas na camada branca. MEV ataque nital 3%

Essa camada branca surge pela formação de compostos intermetálicos, correspondendo ao Fe_3P . No trabalho realizado por Spitzig (1972), é relatado que, durante a austenitização, ocorre a difusão do fósforo para a austenita formando a fase δ . Esta fase pode ser prevista no diagrama Fe-P para teores de fósforo acima de 15%, conforme figura 48.

Figura 48: Diagrama Ferro- Fósforo

Fonte :ASM Metals Handbook Metallography, Structures and Phase Diagrams (1973)

A presença do fósforo é bastante prejudicial ao comportamento mecânico. Conforme já comentado, quando o fósforo difunde para o contorno de grão, promove a fragilização devido à precipitação nesta região, causando uma baixa coesão intergranular. O fósforo diminui a resistência ao impacto, e prejudica a tenacidade, e a ductilidade do parafuso, a partir de certos limites causa a fragilidade na temperatura ambiente, HÖLLRIGL 1973. Esta

fragilização é crítica para parafusos de alta resistência, com limite de escoamento maior que 900 MPa (CIOTO et al. (1990); HÖLLRIGL (1973)).

A fase δ (Fe_3P - Fosfeto de ferro) é tetragonal de corpo centrado, gerando uma alta dureza em função dos poucos sistemas de escorregamento, tornando a extremamente frágil e promovendo a nucleação de micro trincas, que por sua vez, podem levar a falha prematura sob esforços de fadiga.

Além disso, o fósforo permite a partição de carbono da austenita, empobrecendo as regiões superficiais em carbono, e favorecendo a estabilização da ferrita (COSTA; MEI, 2010; SPITIZIG, 1972). No presente trabalho pode ser observado que o teor de carbono no aço antes da difusão do fósforo estava por volta de 0,62% conforme tabela 2. Entretanto observando a análise de EDS na camada, figura 49, verificou-se que praticamente não há presença do teor de carbono, somente sendo evidenciados teores de ferro e fósforo, o que comprova o fenômeno de partição deste elemento.

Figura 49: EDS da Ferrita δ , ilustrando a composição desta fase.

Na tabela 3, são demonstrados os valores obtidos no ensaio de fadiga Nakamura para as tensões de 840, 790 e 740 MPa, sendo 5 amostras para cada nível de tensão ensaiada. Embora apenas 5 amostras seja um número reduzido em termos estatísticos, pode-se

perceber que os valores de fadiga são relativamente próximos para cada tensão e condição superficial. Com os valores medidos foram construídos duas curvas S-N vista na figura 50.

Tabela 3: Resultados do ensaio de fadiga Nakamura tensão x número de ciclos

AMOSTRAS SEM FERRITA DELTA: NÚMEROS DE CICLOS ATÉ A RUPTURA.	TENSÃO APLICADA NO ENSAIO DE FADIGA NAKAMURA			AMOSTRAS COM FERRITA DELTA: NÚMEROS DE CICLOS ATÉ A RUPTURA.	TENSÃO APLICADA NO ENSAIO DE FADIGA NAKAMURA		
	840MPa	790MPa	740MPa		840MPa	790MPa	740MPa
	72.872.335	74.566.190	78.883.992		39.998.924	41.549.909	44.386.355
	71.961.443	73.562.145	79.785.479		38.458.921	40.569.743	45.213.589
	73.970.886	72.581.210	78.559.741		39.478.621	42.015.321	43.897.989
	71.324.527	74.662.580	77.459.821		40.021.589	41.269.852	44.569.562
	73.877.221	73.666.568	79.841.158		39.452.741	41.200.654	44.698.983
MEDIA	72.801.282,40	73.807.738,60	78.906.038,20	MEDIA	39.482.159,20	41.321.095,80	44.553.295,60
DESVIO PADRÃO	1.163.701,17	850.091,19	982.320,87	DESVIO PADRÃO	633.625,43	528.196,77	478.218,75
MÉDIA - DESVIO PADRÃO	71.637.581,23	72.957.647,41	77.923.717,33	MÉDIA - DESVIO PADRÃO	38.848.533,77	40.792.899,03	44.075.076,85
MÉDIA + DESVIO PADRÃO	73.964.983,57	74.657.829,79	79.888.359,07	MÉDIA + DESVIO PADRÃO	40.115.784,63	41.849.292,57	45.031.514,35

Figura 50: Resultados do teste Nakamura para carregamento de 840, 790 e 740 MPa

Observa-se desses resultados que, o limite de fadiga para a amostra de aço temperado e revenido, isento da camada frágil, está por volta de 75 milhões de ciclos, enquanto que para as amostras apresentando ferrita delta, ensaiadas nas mesmas condições, o limite de fadiga é de 42 milhões de ciclos. Isso significa que a presença dessa camada com espessura de aproximadamente 18 μ m, trouxe uma redução da fadiga de 41%. Esses resultados mostram uma grande diferença de comportamento, destacando claramente que os corpos de prova isentos de ferrita δ apresentaram um comportamento

excepcionalmente melhor, conforme também observado por Cioto et al. (2008).

Quando os parafusos que contem a fase δ e estiverem sujeitos à aplicação de tensões mais elevadas, ocorrerá a nucleação e propagação de microtrincas que associadas a esforços cíclicos, se propagam paulatinamente através de toda a secção, reduzindo-a sucessivamente até torná-la insuficiente, ocorrendo então a ruptura brusca da peça.

Visando uma melhor caracterização da presença de trincas na camada branca, foi realizada o teste de dobramento simples, consistindo em travar as amostras em uma morsa e foi aplicado esforços até a ruptura dos corpos de prova, na figura 51 pode ser visto as superfícies após este teste. A figura 51 a) indica que na amostra sem ferrita δ (camada branca), não se observou nenhuma microtrinca superficial com as ampliações utilizadas. No entanto inúmeras trincas foram observadas para as amostras contendo a fase δ , figura 51b. Conforme já comentado esses defeitos superficiais, as trincas, se propagam reduzindo o desempenho em fadiga dos componentes que apresentam esta camada branca.

Figura 51: Aspecto da amostra após teste de dobramento. **a)** Amostra isento de ferrita delta. **b)** Amostra com ferrita delta apresentando micro trincas na superfície. Aumento: 50x

A figura 52 ilustra a superfície da fratura depois do teste de fadiga, examinadas por MEV nas seguintes condições: a) e b) sem a formação da ferrita delta, mostrando um aspecto regular da fratura por fadiga. Figuras c); d) e e) e f) apresentaram a ferrita delta e foi observada na superfície a presença de fratura frágil, destacando a camada e a propagação de microtrincas para o metal base.

a) Amostra sem ferrita delta na superfície.

b) Amostra sem ferrita delta na superfície.

c) Destacamento da camada na superfície com ferrita delta.

d) Nucleação de microtrincas na camada.

e) Maior aumento mostrando a microtrinca na camada frágil.

f) Propagação de microtrincas para o metal base.

Figura 52: MEV, do aspecto da fratura após ensaio de fadiga para os corpos de prova (a) e (b) isentos de ferrita delta e (c) a (f) contendo a fase δ .

Em função dos efeitos prejudiciais da ferrita δ , as normas atuais vigentes fazem várias recomendações quanto à restrição da presença desta fase onde se exigem características de segurança como por exemplo a norma internacional ISO898-1 (2009) “Propriedades Mecânica de Parafusos” não permite camadas superficiais de ferrita delta enriquecidas de fósforo para parafusos com classe de resistência acima de 1200 Mpa ou 12.9.

5 – CONCLUSÕES.

Embora não se tenha estudado a relação entre espessura da camada branca de ferrita δ e vida em fadiga, o presente trabalho constatou que camadas da ordem de 12 μ m a 20 μ m provocam uma diminuição de até 40% da vida em fadiga para a classe de resistência 12.9.

As trincas iniciadas na camada branca se propagam para o interior do material reduzindo a resistência a fadiga de materiais sendo um forte mecanismo de fragilização.

Durante a fabricação do parafuso é necessário a fosfatização da matéria prima para redução do atrito e facilitar a operação de conformação mecânica. Entretanto antes do tratamento térmico, é mandatória a limpeza alcalina para remover quaisquer resíduos de fósforo superficiais, sejam oriundos do processo de preparação para conformação ou têmpera e revenimento de peças já fosfatizadas que apresentaram propriedades mecânicas fora do especificado.

6 - SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Realizar ensaios de corrosão sob tensão em corpos de prova com ferrita delta.

Realizar ensaios de impacto em baixas temperaturas, comparando os corpos de prova com a fase delta rica em fósforo e corpos de prova isento desta fase a fim de determinar a influência do fósforo na transição dúctil-frágil.

Avaliar a influência da espessura da camada branca rica em fósforo na resistência a fadiga.

Realizar ensaio de fadiga para outras classes de resistência 8.8 e 10.9 em amostras com ferrita δ .

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E466-82**: conducting constant amplitude axial fatigue test of metallic materials. Philadelphia.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E739**: Standard practice for statistical analysis of linear or linearized stress-life (S-N) and strain-life (ϵ -N) fatigue data. Philadelphia.

ANDERSON, T.L. **Fracture mechanics** - fundamentals and applications. Oxford: CRC Press, 1991.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NM 202/2000**: Arames de aço redondos de qualidade especial para forjamento a frio de parafusos porcas. Rio de Janeiro, 2002.

ATKINSON, H.; ANDERSON, C. **Estimation of the maximum inclusion in clean steels and the relationship with mechanical properties**. South Yorkshire: Dept. of Mechanical Engineering, University of Sheffield, 2003.

BECKER, W.T.; SHIPLEY, R.J. **Failure analysis and prevention**. Materials Park: ASM International, 1992. v.11.

BERGERNGREN, Y.; LARSSON, M.; MELANDER, A. (1985). The Influence of machining defects and inclusions on the fatigue properties of a hardened spring steel. **Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures**, v.18, n.10, p.1071-1087, 1985.

BIESTEK, T.; WEBER, J. **Electrolytic and chemical conversion coatings**. Wydawnictwa: Portececeilles, 1976.

BILBY, B.A.; CHRISTIAN, J.W. The Crystallography of martensite transformations. **JISI**, v.197, p.122-131, 1961.

BILLGMANN J.; FEELDMANN, H.D. **Estampado y prensado a máquina**. 2.ed. **Local**: Reverté, 1979.

BRANCO, C.A.G.M. **Mecânica dos materiais**. 2.ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1985.

BREEN, D.H.; WENE, E. M. Fatigue in machines and structures - ground vehicles. In: **FATIGUE and microstructure: papers presented at the 1978 ASM materials science seminar**, 1978, St.Louis. Michingan: ASM, 1979. p.57-99.

CALLISTER, W.D. **Materials science and engineering an introduction**. 7thed. New York: John Wiley, 2007. p.290-300.

CAO S.Q. **Grain boundaries and the evolution of texture in interstitial-free (IF) steels**. 2005. Thesis (Ph.D.) - Shanghai Jiao Tong University, China, 2005.

CARON, R.W.; KRAUSS, G. The Tempering of Fe-C lath martensite. **Metallurgical**

Transactions, v.3, p.2381-2389, 1972.

CAVANAGH, W.R.; CAVANAGH, R.R. The Role of pH in phosphatizing. **Plating and Surface Finishing**, v.78, n.10, p.40-44, 1991.

CHENG, L. et al. Lattice parameters of iron-carbon and iron-nitrogen martensites and austenites. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v.24, p.509–514, 1990.

CIOTO, R.; COLLARES, A.R.; ZUFFO, C.H. **The Effect of delta ferrita on the fatigue behavior of high resistance threaded fastener**. Warrendale: SAE, 2008. (Paper SAE 2008-36-0063E).

COHEN, M. The Strengthening of steel. **Transactions TSM-AIME**, v.224, p.638-656, 1962.

COLPAERT, H.; COSTA, A.L.S. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 4.ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2008. p.409-416.

COSTA, A.L.S.; MEI, P.R. **Aços e ligas especiais**. 3.ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2010.

COTTRELL, A.H.; HULL, D. Extrusion and intrusion by cyclic slip in copper. **Proceedings Royal Society A**, v.242, p.211 -217, 1957.

DIETER, G.E. **Mechanical metallurgy**. New York: McGraw Hill Book, 1981.

DOWLING, N.E. **Mechanical behavior of materials**. New York: Prince-Hall, 1993.

FORREST, P.G. **Fatigue of metals**. Oxford: Oxford Editor, 1970. p.192-193.

FORSYTH, P.J.E. **A Two stage process of fatigue crack growth**. In: CRACK PROPAGATION SYMPOSIUM, 1961, Cranfield. Proceedings... Cranfield: Cranfield College of Aeronautics, 1961. v.1, p.76-94.

FREEMAN, D. B. **Phosphating and metal pre-treatment**. New York: Industrial Press, 1988.

FROST, W.E.; MARSH, K.J.; POOK, L.P. **Metal fatigue**. Oxford: Clarendon Press, 1974.

FUCHS, H.O., STEPHENS, R.I. **Metal fatigue in engineering**. New York: John Willey, 1993.

GABE, D.R. **Principles of metals surface treatment and protection**. 3.ed. Branton: Merlin Books, 1978.

GENIN, J.; FLINN, P.A.I. Mossbauer effect study of the clustering of carbon atoms during the room-temperature aging of iron-carbon martensite. **Transactions TMS-AIME**, v.242, p.1419-1430, 1968.

GODEFROID, L.B. **Fundamentos de mecânica de fratura**. Ouro Preto, Ed.UFOP, 1995.

GORECKI, G. pH Control of iron phosphate baths made up in hard water. **Metal Finishing**,

v.86, n.12, p.15-16, 1988.

GRANGE, R.A. Effect of microstructural banding in steel. **Metallurgical Transactions**, v.2, p.417-426, 1971.

HAMILTON, A.J. Iron phosphate spray systems. **Plating and Surface Finishing**, v.66, n.8, p.28-34, 1979.

HERTZBERG, R.W. **Deformation and fracture mechanics of engineering materials**. 2nd ed. New York: John Wiley, 1993.

HOBBS, R.M.; LORIMER, G.W.; RIDLLEY, N. Effect of silicon on the microstructure of quenched and tempered medium-carbon steels. **JISI**, v.210, p.757-764, 1972.

HÖLLRIGL, R.M. **Scharaubenschadensfälle durch phosphordiffusion (phosphorreiche δ ferritzone)**. [S.l.:s.n.], 1973. (VW-ZL 73/15).

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS FOR STANDARDIZATION. ISO 898-1: **Mechanical properties of fasteners made of carbon steel and alloy steel**. Geneva, 2009.

JAMES, D. **Phosphate coating and lubrication steel for cold extrusion**. In: SHEET METAL INDUSTRIES SPECIAL CONFERENCE, 1961. [S.l.:s.n.], 1961. p.171-189.

JUVONEN, P. **Effects of non-metallic inclusions on fatigue properties of calcium treated steels**. Thesis (PhD Science in Technology) - Helsinki University of Technology, Finland, 2004.

KURDJUMOV, G.V.; KHACHATURYAN, A.G. Phenomena of carbon atom redistribution in martensite. **Metallurgical Transactions**, v.3, p.1069–1076, 1972.

KURITA, M. et al. Effects of strengthening mechanisms on fatigue properties of ferrite-pearlite hot rolled sheet steel. **Iron and Steel Institute of Japan**, v.36,n.4,p.481-486, 1996.

LAIRD, C. Mechanisms and theories of fatigue. **Fatigue and Microstructure**, p.149-203, 1979.

LAMPMAN, S.; DAVIDSON, G.; REIDENBACH, F. **Fatigue and fracture**. **Materials Park: ASM International**, 1977. v.19, p.96-109.

LANKFORD, J. Effect of oxide inclusions on fatigue failure. **International Metals Reviews**, v.22, p.221-228, 1977.

MANCHU, W. **La Fosfatizzazione dei metalli – fondamenti scientifici e tecnica applicada**. Milano: Urlico, 1995.

MEYERS, M.A.; CHAWLA, K.K. **Mechanical behavior of material**. New Jersey: Prentice Hall, 1999.

MURPHY, J.A. **Surface preparation and finishes for metals**. New York: McGraw-Hill, 1971.

p.396-401.

NARAYANAN, S. Influence of various factors on phosphatability – an overview. **Metal Finishing**, v.94, n.6, p.86-90, 1996.

NISHIDA, S.I. **Failure analysis in engineering applications**. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1992.

NITSITANI, H.; IMAI, R. Comparison of fatigue process in 0,45%C steel specimens polished under different conditions. **Bulletin of The JSME**, v.28, n.245, p.2503-2510, 1995.

OLIVEIRA, M.F. **Estudo da influência de organos silanos na resistência a corrosão de aços ao carbono por meio de técnicas eletroquímicas**. 2006. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

PANOSSIAN, Z. **Fosfatização dos metais ferrosos**. São Paulo: ABM, 2007. p.50-80.

PETTY, E.R. (ED.). Martensite: fundamentals and technology. *Journal of applied Crystallography*, v.4, pt.5, p.402-403, 1971.

RABBI, M. S. **Comportamento em fadiga de dois aços microligados utilizados na fabricação de discos de rodas automobilísticas**. 1998. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 1998.

RODZEWICH, E.A. **Theory and practice of phosphating** American Electroplater's Society. [S.l.:s.n.], 1974. p.28.

SCHIJVE J. **Significance of fatigue cracks in micro-range and macro-range**. Philadelphia: ASTM, 1967. (ASTM STP 415-459).

SCHIJVE, J. Four lectures on fatigue crack growth. **Engineering Fracture Mechanics**, v.11, p.167-221, 1979.

SCHINOS, D.; KENNY, J.M. Grain size dependence of the fatigue behavior of a ultrafine – grained AISI 304 stainless steel. **Materials Letters**, v.57, p.3182-3185, 2003.

SCISLOWSKI, S. Phosphating partII – total acid, free acid and pH. **Metal Finishing**, v.89, n.1, p.34-35, 1991.

SCISLOWSKI, S. Preventing problems in five-stage zinc phosphate spray systems. **Metal Finishing**, v.87, p.37-39, 1989.

SERIZAWA H.R.; GALLEGOS J. Análise estrutural da aplicação do processo de jateamento com shot peening com granalhas de aço em rotores hidroelétricos. In: CONGRESSO NACIONAL DE ESTUDANTES DE ENGENHARIA MECÂNICA, 12., 2005, Ilha Solteira. **Anais...** [S.l.:s.n.], 2005.

SMALLMAN, R.E.; BISHOP, R.J. **Modern physical metallurgy & materials engineering**. 6th ed.

Oxford: Butterwoorth Heinemann, 1999.

SOUZA, S.A. **Ensaio mecânicos de materiais metálicos**. 5.ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1982.

SPITZIG, W. A. The Effects of phosphorus on the mechanical properties of low-carbon iron. **Metallurgical Transactions**, v.3, p.1183-1188, 1972.

STARKE J.E.A.; LÜTJERING, G. **Cyclic plastic and microstructure**: fatigue and microstructure. Materials Park: ASM, 1979. p.205-243.

SURESH, S. **Fatigue of materials**. Cambridge: Cambridge University Press, 1991.

TARIN, P.; PEREZ, J. Stecal 3.0. Materials Park: ASM International, 2004.

TAYLOR, D.; CLANCY, O.M. The Fatigue performance of machined surfaces. **Fatigue Fracture Engineer Materials Structures**, v.14, p.329-336, 1991.

VENDRAMIM, J.C. et al. Estudo da nitretação na liga ferrosa CrSiV para melhorar a resistência a fadiga por flexão rotativa. In: CONGRESSO ANUAL ABM, 58., 2003, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: ABM, 2003.

WISE; J.P.; KRAUSS,G.; MATLOCK, D.K. Microstructure and fatigue resistance of carburized steels. In: ASM HEAT TREATING SOCIETY CONFERENCE, 20., 2000, St.Louis. **Proceedings...** Golden: Colorado School of Mines, 2000.

WULPI, D.J. **Understanding how components fail**. Materials Park: ASM International, 1993.

YANG, Z.; ZHANGZ, J.M. The Fatigue behaviors of zero inclusion and commercial 42CrMo steels in the superlong fatigue life regime. **Acta Materialia**, v.52, p.5235-5241, 2004.