AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

Efeito da nitretação por plasma no comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V.

MICHELE CRISTINA BIONDO DE CASTRO

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

Orientador:

Prof. Dr. Nelson Batista de Lima

Coorientador:

Prof. Dr. Antonio Augusto Couto

São Paulo

2018

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

Efeito da nitretação por plasma no comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V.

MICHELE CRISTINA BIONDO DE CASTRO

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

Orientador:

Prof. Dr. Nelson Batista de Lima

Coorientador:

Prof. Dr. Antonio Augusto Couto

Versão Corrigida

Versão Original disponível no IPEN

São Paulo

2018

Fonte de Financiamento: CAPES

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

Como citar:

BIONDO DE CASTRO, M. C. ***Efeito da nitretação por plasma no comportamento m fadiga da liga Ti-6Al-4V.*** . 2018. 86 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo. Disponível em: <www.teses.usp.br> (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

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

Biondo de Castro, Michele Cristina
Efeito da nitretação por plasma no comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V. / Michele Cristina Biondo de Castro; orientador Nelson Batista de Lima; co-orientador Antonio Augusto Couto. -- São Paulo, 2018.
86 p.

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

1. Fadiga. 2. Nitretação por plasma. 3. Ti-6Al-4V. I. Batista de Lima, Nelson , orient. II. Couto, Antonio Augusto, co-orient. III. Título.

AGRADECIMENTOS

À Fundação CAPES pela bolsa oferecida (Edital CAPES/Eletronuclear de 2012 - Materiais de Interesse Nuclear).

Ao meu orientador, o Prof. Dr. Nelson Batista de Lima, pelas orientações, conversas e apoio.

Ao meu Co-orientador Prof. Dr. Antonio Augusto Couto, por toda co-orientação, conhecimento compartilhado, paciência e confiança.

Ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA) e ao Laboratório de Plasmas e Processos, onde foram feitas as nitretações a plasma, em especial ao Prof. Dr. Argemiro S. da Silva Sobrinho, Prof. Dr. Marcos Massi e Prof. Dr. Douglas Marcel Gonçalves Leite.

À Dra. Gislene Martins do ITA pelos dias de companhia no reator, pelas caronas e conversas.

À Escola de Engenharia Mackenzie, onde foram feitos os tratamentos térmicos.

À pós-doutoranda Gisele Fabiane Costa Almeida pelo apoio e incentivo durante o mestrado, pelos conhecimentos divididos, acompanhamentos de diversas etapas deste trabalho e pela amizade.

À doutoranda Camila Pucci Couto, pela amizade de longa data, grande incentivadora desse trabalho.

Ao Mestre Mariano Castagnet pela ajuda no laboratório de ensaios mecânicos, revisão de diversos textos e apresentações e pela amizade.

Ao Dr. Rene Ramos de Oliveira e Mestre Gleicy de Lima Xavier pela sempre disponibilidade, amizade e conversas.

Ao Engenheiro Fabricio Mendes, pela usinagem dos corpos de prova de fadiga, e pela disponibilidade em ajudar sempre.

Aos meus pais e marido, pois sem a ajuda e apoio deles, nada disso seria possível.

“Nascer sabendo é uma limitação porque obriga a apenas repetir e, nunca, a criar, inovar, refazer, modificar. Quanto mais se nasce pronto, mais refém do que já se sabe e, portanto, do passado, aprender sempre é o que mais impede de que nos tornemos prisioneiros de situações que, por serem inéditas, não saberíamos enfrentar.”

Mario Sergio Cortella

RESUMO

CASTRO, M.C.B. de. ***Efeito da nitretação por plasma no comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V***. 2018. X p. Tese (Mestrado em Tecnologia Nuclear)
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.

A liga Ti-6Al-4V apresenta excelentes propriedades mecânicas, baixa densidade, alta dureza e resistência à corrosão. Entretanto, tratamentos superficiais como a nitretação por plasma são amplamente utilizadas para melhorar a resistência a fadiga desta liga. O objetivo deste trabalho foi tratar termoquimicamente a liga Ti-6Al-4V por meio da nitretação por plasma a fim de verificar a sua influência nas propriedades de fadiga e comparar os resultados obtidos com as não nitretadas. Este tratamento superficial foi realizado com o objetivo de retardar a etapa de nucleação da trinca. A nitretação por plasma foi realizada em temperaturas em torno de 720°C por 4 horas, numa atmosfera de N₂, Ar e H₂ (5:5:1). Foi realizado um tratamento térmico nas amostras para se obter a microestrutura de Widmanstätten. A temperatura usada foi de 1050°C por 30 minutos. A caracterização microestrutural das amostras nitretadas e não nitretadas foi realizada usando difração de raios X (DRX), microscopia óptica (MO), e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados da difração de raios X das amostras nitretadas mostram a presença de fases: α , β , ϵ -Ti₂N, e δ -TiN e nas amostras não nitretadas as fases α e β . Essas análises revelaram a presença de uma superfície rica em nitretos seguida de uma zona de difusão com nitrogênio na matriz. A rugosidade superficial foi estudada, e foi observada um aumento na rugosidade de 61% após a nitretação. Os testes de fadiga foram realizados em uma máquina de ensaios flexo rotativa, com uma razão de carregamento $R=-1$. Os resultados obtidos mostraram que as propriedades de fadiga foram melhoradas após a nitretação por plasma, retardando a etapa de nucleação de trinca.

Palavras-chave: Liga de titânio Ti-6Al-4V, nitretação por plasma, fadiga

ABSTRACT

CASTRO, M.C.B. de. ***Nitriding plasma effect on Ti-6Al-4V fatigue behavior.***

2018.X p. Tese (Mestrado em Tecnologia Nuclear) Instituto de Pesquisas

Energéticas e Nucleares, São Paulo.

The Ti-6Al-4V alloy presents excellent mechanical properties, low density, high toughness and corrosion resistance. However, surface treatments like plasma nitriding are widely used to improve the fatigue resistance of this alloy. Therefore, the aim of this work was to treat thermochemically Ti-6Al-4V alloy by means of plasma nitriding to verify its influence in fatigue properties and compare the results with the untreated ones. This surface treatment was performed with the purpose of retards the crack initiation. The plasma nitriding was performed in temperatures around 720°C for 4 hours, with a gas atmosphere N₂, Ar and H₂ (5:5:1). A heat treatment was made in the samples to obtain a Widmanstätten microstructure. The temperature used was 1050°C for 30 minutes. Microstructural characterizations of nitrided and non-nitrided samples were carried out using X-ray diffraction (XRD), optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM). The XRD results of the nitrided sample showed the presence of the α , β , ϵ -Ti₂N, and δ -TiN phases. These analyses revealed a surface layer rich in nitrides on the surface, followed by a diffusion layer of nitrogen in the matrix. The surface roughness was compared between the nitrided and non-nitrided layer, and it was observed that the roughness increased 61% after the plasma nitriding. Fatigue tests were performed in a rotating bending testing machine with a stress ratio ($R=-1$). The results obtained in fatigue tests showed that the fatigue properties were improved after plasma nitriding, retarding the crack initiation.

Palavras-chave: Ti-6Al-4V alloy , plasma nitriding , fatigue

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Principais propriedades do titânio puro	18
Tabela 2-Estudos realizados em diferentes parâmetros de nitretação por plasma.....	30
Tabela 3-Média e desvio padrão dos parâmetros utilizados na nitretação por plasma.....	46
Tabela 4-Cálculos de carregamentos utilizados nos ensaios de fadiga	51
Tabela 5-Pontos de medição da camada nitretada obtidos por meio do microscópio óptico.....	55
Tabela 6-Média e desvio padrão das camadas composta de nitretos e de difusão do nitrogênio na liga Ti-6Al-4V.....	57
Tabela 7-Valores obtidos pela medição de camadas de cada lote de nitretação por meio do microscópio eletrônico de varredura.....	58
Tabela 8-Resultados, médias e desvio padrão dos ensaios de tração.	63
Tabela 9-Média e desvio padrão das medições de rugosidade da liga Ti-6Al-4V nas condições nitretada e não nitretada.....	65
Tabela 10-Medições de rugosidade de cinco corpos de prova em cada condição nitretada e não nitretada, com cálculo de média e desvio padrão	65
Tabela 11-Tensões aplicadas nos corpos de prova em condição nitretada e não nitretada com seus respectivos número de ciclos.	67

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema da alotropia do titânio puro.....	19
Figura 2 - Diagrama de fases ternário da liga Ti-6Al-4V, onde o círculo representa a liga .a) diagrama representando a liga em temperatura de 800°C. b) diagrama representando a liga em temperatura de 1000°C.	22
Figura 3 - Representação da formação da microestrutura de Widmanstätten na liga Ti-6Al-4V.....	23
Figura 4 - Ilustração das diferentes regiões do plasma quanto a sua luminosidade.	26
Figura 5- Desenho esquemático do funcionamento do equipamento utilizado para o tratamento termoquímico de nitretação por plasma	27
Figura 6-Configuração de um pulso de tensão.....	28
Figura 7-Representação de formação de fases durante a nitretação por plasma na liga Ti-6Al-4V.....	29
Figura 8-Dois tipos de curva S-N. A) Curva sem limite de fadiga. B) Curva com limite de fadiga.	32
Figura 9-Detalhes do funcionamento da máquina de ensaios de fadiga do tipo flexo-rotativa.....	33
Figura 10-Representação dos três estágios da propagação de trinca por fadiga	34
Figura 11-Esquema de formação das bandas de deslizamento na superfície do material pelo mecanismo de solitação cíclica. Estágio de nucleação e propagação microscópica da trinca.....	35
Figura 12-Mecanismo de embotamento e afinamento da ponta da trinca responsável pela propagação macroscópica da trinca. I) relação da tensão pelo tempo. II) mecanismo de embotamento e afinamento.	36
Figura 13-Mecanismo de embotamento e afinamento da ponta da trinca responsável pela propagação macroscópica da trinca.....	37
Figura 14-Fluxograma esquemático das etapas práticas realizadas neste trabalho	39
Figura 15-Desenho mecânico dos corpos de prova usinados. A) corpo de prova para ensaio de tração b) corpo de prova para ensaio de fadiga.	40
Figura 16-Gráfico de temperatura x tempo do tratamento térmico para obtenção da microestrutura de Widmanstätten.....	41

Figura 17-Desenho mecânico do porta amostras utilizado na nitretação por plasma para fixação dos mesmos dentro do reator.....	42
Figura 18-Reator utilizado na nitretação por plasma.....	42
Figura 19-Corpos de prova de alumínio após o primeiro teste de nitretação por plasma.....	44
Figura 20-Corpos de prova de aço inox do segundo teste de nitretação a) Corpos de prova com roscas já cortadas. b) Corpos de prova rosqueados no porta amostra, com o nivelamento das roscas vazias do porta amostra.....	45
Figura 21-a) Corpos de prova da liga Ti-6Al-4V posicionados no porta amostra para a nitretação por plasma. b) Porta amostra inserido no reator para a nitretação.....	45
Figura 22-Fluxograma do processo utilizado na nitretação por plasma.	46
Figura 23-Medição de excentricidade pelo relógio comparador dos corpos de prova antes do ensaio de fadiga	50
Figura 24-A) Máquina utilizada nos ensaios de fadiga flexo-rotativa. B) detalhes o corpo de prova já na máquina, pronto para ser ensaiado.	52
Figura 25-Liga Ti-6Al-4V observada por microscopia óptica. A) Liga sem tratamento com microestrutura equiaxial. B) Liga após tratamento térmico com microestrutura Widmanstätten.....	53
Figura 26-Corpos de prova no reator durante a nitretação por plasma.....	54
Figura 27-Corpos de prova de titânio. a) antes da nitretação com coloração cinza b) Após a nitretação com coloração dourada.....	54
Figura 28-Micrografia da liga Ti-6Al-4V na condição nitretada observada pelo microscópio óptico a) lote 1 de nitretação b) lote 2 de nitretação c) lote 3 de nitretação.....	56
Figura 29-Camadas de difusão e de compostos da liga Ti-6Al-4V na condição nitretada obtida por microscopia eletrônica de varredura.....	57
Figura 30-Difratograma de raios X da liga Ti-6Al-4V no estado como recebido (não nitretada).	60
Figura 31-Difratogramas de raios X da liga Ti-6Al-4V na condição nitretada dos lotes 1, 2 e 3 de nitretação	61
Figura 32-Difratogramas de raios X da liga não nitretada e da liga nitretada por plasma.....	62
Figura 33-Gráfico tensão x deformação obtido pelo ensaio de tração.	64

Figura 34-Curva tensão por número de ciclos obtida após ensaios de fadiga da liga Ti-6Al-4V nitretada e não nitretada.	66
Figura 35-Superfícies de fratura dos corpos de prova após ensaio de fadiga. A) Superfície de fratura do corpo de prova	70
Figura 36-Corpo de prova observado por um microscópio estereoscópico na condição não nitretada ensaiado com tensão de 304 MPa e rompido em 123700 ciclos.	71
Figura 37-Corpo de prova observado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na condição não nitretada com tensão de 304 MPa e rompido em 123700 ciclos.	72
Figura 38-Corpo de prova observado por um microscópio estereoscópico na condição nitretada ensaiado com tensão de 304 MPa e rompido em 233000 ciclos.	73
Figura 39-Corpo de prova observado por microscópio estereoscópico. na condição nitretada ensaiado com tensão de 304 MPa e rompido em 233000 ciclos. Em destaque região A.....	73
Figura 40-Corpo de prova observado por um microscópio estereoscópico na condição não nitretada ensaiado com tensão de 406 MPa e rompido em 68700 ciclos.	74
Figura 41-Corpo de prova observado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na condição não nitretada ensaiado com tensão de 406 MPa e rompido em 68700 ciclos. Em destaque região A.	74
Figura 42--Corpo de prova na condição nitretada ensaiado com tensão de 406 MPa e rompido em 90800 ciclos.	75
Figura 43-Corpo de prova observado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na condição nitretada ensaiado com tensão de 406 MPa e rompido em 90800 ciclos.	76
Figura 44-Corpo de prova na condição não nitretada ensaiado com tensão de 610 MPa e rompido em 6700 ciclos.	77
Figura 45-Corpo de prova observado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na condição não nitretada ensaiado com tensão de 610 MPa e rompido em 6700 ciclos.	78

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 OBJETIVOS.....	16
3 REVISÃO DA LITERATURA	17
3.1 TITÂNIO.....	17
3.1.1 <i>Histórico</i>	17
3.1.2 <i>Metalurgia física das ligas de titânio</i>	19
3.1.3 <i>Ligas de Titânio</i>	20
3.1.3.1 Ligas alfa e próximas de alfa	21
3.1.3.2. Ligas beta e próximas de beta.....	21
3.1.3.3. Ligas $\alpha+\beta$	21
3.2 LIGA Ti-6AL-4V	22
3.2.1 <i>Microestrutura de Widmanstätten</i>	23
3.3 NITRETAÇÃO	24
3.3.1 <i>Nitretação por plasma</i>	24
3.3.1.1 Plasma.....	24
3.3.1.2 Curva característica voltagem - corrente	25
3.3.1.3 Regiões do plasma	25
3.3.1.4 Processo de nitretação por plasma	26
3.3.2 <i>Nitretação em fonte pulsada e fonte contínua.</i>	27
3.3.3 <i>Mudanças de fase na nitretação por plasma</i>	28
3.3.4 <i>Estudos anteriores de nitretação por plasma na liga Ti-6Al-4V</i>	30
3.4 FADIGA	31
3.4.1 <i>A curva tensão x número de ciclos (S-N)</i>	31
3.4.2 <i>Fadiga flexo-rotativa</i>	32
3.4.3 <i>Estágios da fadiga</i>	33
3.4.3.1 Estágio 1 : Nucleação e propagação microscópica da trinca.	34
3.4.3.2 Estágio 2 : Mecanismo de propagação macroscópica da trinca. 36	
3.4.3.3 Estágio 3 : Fratura por fadiga	37
4 MATERIAIS E MÉTODOS	39
4.1 MATERIAL	40
4.2 USINAGENS DOS CORPOS DE PROVA.....	40

4.3 TRATAMENTO TÉRMICO PARA OBTENÇÃO DA MICROESTRUTURA DE WIDMANSTÄTTEN.....	40
4.4 NITRETAÇÃO POR PLASMA	41
4.4.1 Equipamentos.....	41
4.4.2 Limpeza dos corpos de prova.....	42
4.4.3 Limpeza do reator.....	43
4.4.4 Teste inicial de nitretação	43
4.4.5 Processo de nitretação por plasma.....	46
4.5 MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)	47
4.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	47
4.7 DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	48
4.8 RUGOSIDADE SUPERFICIAL	48
4.9 ENSAIO DE TRAÇÃO.....	49
4.10 EXCENTRICIDADE	50
4.11 ENSAIO DE FADIGA.....	50
5 RESULTADOS.....	53
5.1 METALOGRAFIA	53
5.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	59
5.3 ENSAIOS DE TRAÇÃO.....	63
5.4 RUGOSIDADE.....	64
5.5 FADIGA	66
5.6 FRACTOGRAFIA.....	69
6 CONCLUSÃO	79
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:.....	81

1 INTRODUÇÃO

O titânio é um metal utilizado para diversas aplicações, e o grande interesse em sua utilização é devido às suas excelentes propriedades mecânica, sua baixa densidade e elevada resistência à corrosão. A maior aplicação deste material relaciona-se à indústria aeronáutica, onde são consumidos 50% da produção mundial de titânio (OLIVEIRA, 2010).

O avanço no desenvolvimento e nas aplicações das ligas de titânio fizeram com que algumas propriedades tivessem que ser otimizadas, como por exemplo, as propriedades de fadiga e de desgaste. O comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V é uma das mais importantes propriedades em suas aplicações, o que acarreta em diversos estudos e pesquisas nesta área.

As falhas por fadiga da liga Ti-6Al-4V ocorrem pela aplicação de tensões flutuantes, onde as tensões responsáveis pela falha são menores do que a tensão de escoamento da liga encontrada pelo ensaio de tração. Devido a essas falhas, há uma grande dificuldade no aproveitamento desta liga, principalmente em aplicações onde se exija alta resistência a fadiga. A fadiga é responsável por pelo menos 90% das falhas por causas mecânicas, e os estudos de fadiga podem contribuir na diminuição desses dados (MORCELLI, 2009; ZIMMER, 2011).

As trincas por fadiga ocorrem em três estágios: nucleação, propagação e fratura do material. Para que se aumente a vida útil dessas ligas é necessário retardar o estágio de nucleação da trinca, a qual ocorre na superfície do material sendo necessários tratamentos superficiais como: revestimento, tratamentos térmicos e tratamentos termoquímicos (DA ROSA, 2002).

Um dos tratamentos termoquímicos mais utilizados atualmente é a nitretação por plasma, que consiste na difusão do nitrogênio para o interior da liga onde ocorre a formação de uma solução sólida intersticial com a fase α do titânio, sendo então formadas duas novas fases na superfície: δ -TiN e ϵ -Ti₂N (RODRIGUEZ *et al.*, 2001; YILDIZ *et al.*, 2008).

Uma outra maneira de retardar a etapa de nucleação da trinca é por meio da camada de nitretos formada pelas fases δ -TiN e ϵ -Ti₂N. A formação dessas fases, além de aumentar a dureza superficial da liga, cria uma alta tensão superficial de compressão. Com uma alta tensão superficial de

compressão, as tensões trativas necessárias para ocorrer a formação de trincas deverão ser superiores (PEREIRA, 2012; RAHMAN, *et al.*, 2007; RODRIGUEZ *et al.*, 2001).

Por muitos anos, vêm-se estudando a influência dos parâmetros de nitretação por plasma no comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V. Recentemente, uma série de trabalhos vem sendo desenvolvidos.

De acordo com RAJASEKARAN e RAMAN (2008) a nitretação por plasma realizada influenciou positivamente as propriedades após o tratamento realizado a 500°C por um período de 6 horas, com atmosfera nitretante de nitrogênio e hidrogênio (3:1).

De acordo com o estudos de RODRIGUEZ *et al.* (2001), a camada nitretada teve um efeito positivo na liga, pois a tensão residual na mesma retardou a etapa de nucleação da trinca. A nitretação foi realizada a 850°C e 900°C em períodos de 1 a 4 horas.

De acordo com os estudos de FAROKHZADEH e EDRISY (2015) a nitretação por plasma foi realizada em temperaturas de 600°C e 900°C, por um período de 24 horas. Os resultados obtidos foram de melhora em 23% da resistência à fratura na liga tratada a 600°C quando comparada com a liga não nitretada.

De acordo com GRILL *et al.* (1990), a resistência a fadiga da liga Ti-6Al-4V depende da concentração relativa das fases presentes (δ -TiN, ϵ -Ti₂N e α) e suas orientações cristalográficas. As orientações cristalográficas dessas fases dependem dos parâmetros utilizados no tratamento de nitretação por plasma.

O tratamento termoquímico utilizado neste mestrado foi a nitretação por plasma, com os parâmetros utilizados conforme o estudo de ALMEIDA (2017), em que foram estudadas as diferentes combinações de parâmetros de nitretação, levando-se em conta também a espessura da camada e as propriedades termomecânicas estudadas. O estudo do efeito da nitretação por plasma no comportamento em fadiga flexo rotativa da liga Ti-6Al-4V é a contribuição deste mestrado.

2 OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho é analisar o efeito no comportamento em fadiga da nitretação por plasma da liga Ti-6Al-4V.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Titânio

3.1.1 Histórico

O titânio foi descoberto em 1791 na Inglaterra por Willian Gregor, observando a presença do elemento na ilmenita. O químico alemão Klaproth, quatro anos depois, confirmou a descoberta e nomeou o elemento de titânio. A extração do titânio era complexa devido à falta de tecnologia da época. O primeiro a isolar o titânio foi J.J. Berlius, e somente em 1910 foi desenvolvido um processo para obtenção do metal com 99,9% de pureza por Mathew Hunter, que consistia em aquecer o tetracloreto de titânio (TiCl_4) com sódio a temperaturas de 700°C a 800°C. Em 1938, William Justin Kroll conseguiu a extração do titânio de maneira comercialmente viável, nomeando-o de “Processo Kroll” (LEYENS; PETERS, 2003; OLIVEIRA, 2010).

O processo Kroll consiste em: partindo-se da forma metálica dióxido de titânio (TiO_2) efetua-se a conversão em tetracloreto de titânio (TiCl_4) e reduz-se para titânio metálico, através do sódio ou do magnésio. A alta reatividade do titânio pode apresentar desvantagem no processamento, devido a sua facilidade de combinar-se com elementos como o nitrogênio, oxigênio e hidrogênio, devido ao mesmo possuir uma camada incompleta na sua estrutura eletrônica (BAPTISTA; MORILLA, 2013; MACÊDO, 2012; BRAGA, 2007).

Desde a descoberta do processo Kroll, o desenvolvimento e o uso do titânio tem sido de grande interesse, onde suas principais fontes de obtenção são a ilmenita e o rutilo. A composição da ilmenita é basicamente óxido de ferro e titânio (FeTiO_3) e o rutilo é composto de dióxido de titânio (TiO_2). Estes minérios são encontrados principalmente na Austrália, Estados Unidos, Argentina, Brasil e África, sendo que o Brasil possui cerca de 6% das reservas de titânio mundiais. Dentre os estados brasileiros, Minas Gerais se destaca como sendo a maior reserva deste minério, sendo esta de aproximadamente 111 milhões de toneladas (ZIMMER, 2011). Apesar do fato de existir minério no país, ainda nada se produz do metal (MACÊDO, 2012; MORCELLI, 2009).

O titânio é um metal de alto custo devido à dificuldade de processamento e de beneficiamento, chegando a consumir dezesseis vezes mais energia do que para a obtenção do aço. Devido a esse fato, as aplicações

de titânio se tornam mais nobres, como por exemplo: aeroespacial, militar, biomédica, química, alimentícia e petroquímica (MACÊDO, 2012; OLIVEIRA, 2010; YETIM *et al.*, 2009; YILDIZ *et al.*; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

O consumo mundial de titânio mundial tem sido cada vez maior, sendo que a cada ano este aumento é de aproximadamente 8%. Porém, devido às suas baixas propriedades tribológicas, tratamentos superficiais - tais como diferentes tipos de nitretação - são recomendados para que seja possível o aumento de aplicações médicas e industriais (CLAROS *et al.*, 2008; FAROKHZADEH; EDRISY, 2015; YETIM *et al.*, 2009; YILDIZ *et al.*, 2008).

As ligas de titânio são bastante atrativas para aplicação em diversas áreas, pois possuem alto módulo de elasticidade, excelente resistência à corrosão e alta resistência à tração. A Tabela 1 apresenta as principais propriedades do titânio (FAROKHZADEH; EDRISY, 2015; OLIVEIRA, 2010; RAHMAN, *et al.*, 2007; SILVA, *et al.*, 1999).

Tabela 1 - Principais propriedades do titânio puro

Propriedade	Titânio
Peso atômico	47,90
Densidade do sólido a 20°C, (g/cm ³)	4,43
Eletronegatividade	1,6
Raio metálico (coordenação 12), (Å)	1,47
Dureza (HV)	100 - 300
Resistência à tração (MPa)	315 - 660
Tensão de escoamento (MPa)	215 - 530

Fonte: OLIVEIRA, 2010 - adaptado.

Uma das propriedades que tem amplamente contribuído para o crescimento e uso do titânio para objetivos estruturais é o seu alto ponto de fusão. Sua utilização está mais centralizada em componentes aeroespaciais, onde as resistências à fadiga, fluência e degradação são essenciais, sendo que as ligas de titânio são as mais versáteis para esta aplicação (SUGAHARA *et al.*, 2009).

3.1.2 Metalurgia física das ligas de titânio

O titânio à temperatura ambiente possui uma estrutura hexagonal compacta (HC), que é representada pela fase α . À temperatura de aproximadamente 882°C essa estrutura transforma-se em cúbica de corpo centrado (CCC) que é representada pela fase β . Essa mudança de estrutura cristalina é chamada de alotropia. Tal arranjo cristalino pode ser mantido até a sua temperatura de fusão (1672°C), conforme se observa na Figura 1 (ZHECHEVA *et al.*, 2008).

A transformação alotrópica acontece devido à variação da temperatura, provocando uma alteração no parâmetro de rede da célula unitária hexagonal compacta (HC), resultando em um aumento da distância interatômica e, assim, alterando a configuração de hexagonal compacta para cúbica de corpo centrado (CALLISTER, 2006; CASTRO, 2012; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

Figura 1 - Esquema da alotropia do titânio puro.

Fonte: FLOWER, 1990 – adaptado

A transformação alotrópica acontece devido à variação da temperatura, provocando uma alteração no parâmetro de rede da célula unitária hexagonal compacta (HC), resultando em um aumento da distância interatômica e, assim, alterando a configuração de hexagonal compacta para cúbica de corpo centrado (CALLISTER, 2006; CASTRO, 2012; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

A temperatura em que ocorre a transformação alotrópica do titânio pode ser modificada, assim como as fases α e β nas ligas de titânio. Essa alteração ocorre pela adição de elementos de liga, sendo estes responsáveis também por algumas propriedades e microestruturas das ligas de titânio. A presença de

elementos de liga, que agem como estabilizadores das fases α ou β , pode aumentar o módulo elástico do titânio para valores de até 130 GPa, sendo este um valor inferior ao dos aços e superior ao do alumínio; já a dureza do titânio puro é muito maior do que do alumínio e magnésio, que também são metais de baixa densidade (OLIVEIRA, 2010).

Os principais elementos alfa-gênicos (estabilizadores da fase α) têm como objetivo aumentar a temperatura de transformação alotrópica; já os elementos beta-gênicos (estabilizadores da fase β) são responsáveis por diminuir essa temperatura, e os elementos neutros possuem características de estabilizadores tanto α como β . (CASTRO, 2012; SANTOS, 2014; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

Os principais elementos alfa-gênicos (estabilizadores da fase α) têm como objetivo aumentar a temperatura de transformação alotrópica; já os elementos beta-gênicos (estabilizadores da fase β) são responsáveis por diminuir essa temperatura, e os elementos neutros possuem características de estabilizadores tanto α como β . A relação dos principais elementos estabilizadores de cada fase das ligas de titânio estão listados na tabela 2. (ALENCAR, 2002; CASTRO, 2012; SANTOS, 2014; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

Devido à diversidade de elementos de liga que podem ser adicionados, houve um grande desenvolvimento de ligas de titânio para as mais diversas aplicações (SANTOS 2014; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

3.1.3 Ligas de Titânio

Titânio e suas ligas são materiais atrativos para o setor industrial devido a propriedades como ótima proporção resistência / densidade, excelente biocompatibilidade e resistência à corrosão. Como consequência das propriedades dessas ligas suas aplicações foram ampliadas, especialmente na área química, aeroespacial, indústrias marítimas e petroquímicas (ALI; RAMAN, 2010; FERNANDES *et al.*, 2006).

O titânio comercialmente puro (Ti CP) apresenta teores de pureza que variam de 98% a 99,5%. As propriedades físicas podem variar com a proporção de impurezas, que são elementos residuais do beneficiamento e processo de purificação do titânio (ferro, oxigênio, carbono, nitrogênio e hidrogênio). Entretanto, as ligas de titânio apresentam baixas propriedades

tribológicas, como por exemplo, um instável e alto coeficiente de fricção e susceptibilidade a corrosão por desgaste (ALI; RAMAN, 2010; CALLISTER, 2006; FERNANDES *et al.*, 2006).

3.1.3.1 Ligas alfa e próximas de alfa

As ligas de titânio α são formadas por titânio puro e elementos estabilizadores de α como, por exemplo, o alumínio, sendo este o estabilizador de maior importância comercial. É utilizado com teores restritos a 7% a fim de evitar a formação da fase do composto intermetálico Ti_3Al , que leva a fragilização da liga. Essas ligas possuem propriedades como resistência à fluência, alta resistência mecânica e dureza, podendo ser usada então para aplicações em altas temperaturas (JOSHI, 2006; MORCELI, 2009; YILDIZ *et al.*, 2008; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

3.1.3.2. Ligas beta e próximas de beta

As ligas de titânio β são obtidas com uma grande quantidade de elementos estabilizantes betagênicos (10% a 15%) e, como consequência da presença desses elementos, a temperatura de transição alotrópica é reduzida (transição de α para β). As principais propriedades das ligas β são: fragilidade a altas temperaturas e ótima temperabilidade, além de uma melhor tenacidade a fratura do que as ligas $\alpha+\beta$ (CRUPI *et al.*, 2017; MORCELLI, 2009; YILDIZ *et al.*, 2008; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

3.1.3.3. Ligas $\alpha+\beta$

As ligas do tipo $\alpha+\beta$ possuem quantidades suficientes de elementos estabilizantes de α e de β , expandindo o campo dessas fases à temperatura ambiente. A combinação das duas fases e a aplicação de tratamentos térmicos e termo-mecânicos permitem que a liga possua ótimas propriedades, aliando as características das fases α e β (MORCELLI, 2009; ZHECHEVA *et al.*, 2008). A liga de titânio do tipo $\alpha+\beta$ que mais se destaca, entre a grande gama de ligas existentes, é a Ti-6Al-4V. As modificações microestruturais são produzidas pela nucleação e crescimento de fase α a partir da fase β , na etapa de resfriamento da liga (JOSHI, 2006; MORCELLI, 2009; OLIVEIRA, 2010; SANTOS, 2014; YILDIZ *et al.*, 2008; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

3.2 Liga Ti-6Al-4V

As ligas de titânio classificadas como $\alpha+\beta$ podem ter diferentes arranjos microestruturais dependendo dos tratamentos térmicos aplicados na liga. Uma dessas ligas é a Ti-6Al-4V, que possui combinações de resistência mecânica, baixa densidade, elevada dureza e resistência à corrosão, sendo considerada a mais importante dentre as ligas de titânio. Esta liga possui estruturas cristalinas: hexagonal compacta e cúbica de corpo centrado, presentes em temperatura ambiente, e em temperaturas mais elevadas as estruturas presentes na liga vão se alterando, conforme se observa na figura 2 (MORCELLI, 2009; ZHECHEVA *et al.*,2008; ZIMMER,2011).

Figura 2 - Diagrama de fases ternário da liga Ti-6Al-4V, onde o círculo representa a liga .a) diagrama representando a liga em temperatura de 800°C. b) diagrama representando a liga em temperatura de 1000°C.

Fonte: Adaptado de (BOYER; COLLINGS; WELSCH, 1993)

O diagrama de fases da Figura 2 (a) mostra que a uma temperatura de 800°C a liga Ti-6Al-4V possui as fases $\alpha+\beta$ em sua composição. Na Figura 2 (b) a 1000°C a liga possui apenas a estrutura β , devido a esta já ter ultrapassado a temperatura *beta-transus* (995°C). Alta resistência mecânica, relativo baixo módulo de elasticidade, resistência à corrosão, ótimas propriedades mecânicas e excelente biocompatibilidade são algumas das propriedades da liga Ti-6Al-4V, sendo o material metálico com a maior relação densidade/resistência (AROLA *et al.*,2009; CALLISTER,2006; DAVARI *et al.*,2017; SANTOS,2014; ZHECHEVA *et al.*,2008; MARGOLIN, 1995).

Devido à sua baixa resistência ao desgaste e fadiga, tratamentos superficiais têm sido bastante estudados, sendo estes possíveis e aplicáveis para a melhoria dessas propriedades. Um dos tratamentos estudados é a

nitretação, que consiste em modificar a superfície da liga, formando diferentes fases cristalinas como os nitretos de titânio: Ti_2N e TiN . Essas fases formadas auxiliam no aumento da dureza da liga superficial (EROLA, 1988; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

3.2.1 Microestrutura de Widmanstätten

O tratamento térmico para obtenção da microestrutura de Widmanstätten (microestrutura lamelar) é realizado aquecendo o material acima da região β -*transus* ($995^\circ C$), pois as modificações estruturais de uma liga $\alpha+\beta$ são produzidas pela transformação da fases α em fase β . O processo de formação da microestrutura de Widmanstätten é representado esquematicamente na Figura 3 (BABU, 2008).

Figura 3 - Representação da formação da microestrutura de Widmanstätten na liga Ti-6Al-4V

Fonte: BABU, 2008.

Aquecendo a liga acima da região β -*transus*, o material possui somente fase β em sua microestrutura. Com o início do resfriamento lento da liga, chega-se a uma temperatura abaixo da região β -*transus*, onde neste ponto a fase α começa a sua formação nucleando-se nas regiões de contorno de grão da fase β e estas iniciam seu crescimento. Esse crescimento continua até que uma colônia da fase α encontre outras colônias de mesma fase, mas em diferentes orientações. A microestrutura de Widmanstätten é dita como placas de fase α separadas por fase β (ALMEIDA, 2017; CALLISTER, 2006; OLIVEIRA, 2010).

3.3 Nitretação

Existem três processos principais de tratamentos superficiais das ligas de titânio, são elas: tratamento térmico, revestimento e tratamento termoquímico. Os tratamentos superficiais têm como objetivo a modificação da superfície da liga, melhorando a resistência ao desgaste e aumentando a dureza superficial. A possibilidade de realizar tratamentos nas ligas de titânio é devida à sua alta reatividade, reagindo com elementos intersticiais como nitrogênio, carbono, hidrogênio e oxigênio. Dentre os tratamentos existentes para estas ligas, o tratamento termoquímico de nitretação tem sido o mais estudado (RODRIGUEZ *et al.*, 2001; YILDIZ *et al.*, 2008; SILVA *et al.*, 1999)

O processo de nitretação possui três etapas: formação do nitrogênio atômico como consequência de reações químicas, adsorção de átomos de nitrogênio localizados na superfície da peça e difusão de átomos que estão na superfície para o interior da liga. A nitretação pode ser realizada por meio líquido, gasoso, laser e por plasma, sendo este último amplamente estudado atualmente (PEREIRA, 2012; RAHMAN, *et al.*, 2007; RODRIGUEZ *et al.*, 2001).

3.3.1 Nitretação por plasma

O processo de nitretação por plasma foi criado no início dos anos 30 por Berghaus, mas não foi aperfeiçoado na época devido à dificuldade no controle dos parâmetros do processo. Com o avanço da tecnologia e automatização do controle dos parâmetros, na década de 80 o desenvolvimento foi retomado, gerando grande destaque no ambiente industrial (PEREIRA, 2012).

A nitretação por plasma é uma das diversas maneiras de nitretação de materiais metálicos, e as suas vantagens são profundidade da camada nitretada e controle de formação de fases, e sua desvantagem é a formação de arcos catódicos, danificando a superfície de tratamento (ALVES, 2001; MANFRINATO, 2006; RAHMAN, *et al.*, 2007; YILDIZ *et al.*, 2008; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

3.3.1.1 Plasma

O plasma pode ser definido como um volume de material gasoso que contém elétrons, átomos e moléculas nas formas excitadas e ionizadas dos mesmos que interagem entre si e entre os elétrons livres presentes, sendo que no geral o sistema é eletricamente neutro, ou seja, há um equilíbrio de cargas

positivas e negativas. Uma propriedade importante do plasma utilizado em processamento de materiais é o grau de ionização, que consiste na fração de espécies neutras que foram ionizadas. O plasma utilizado na nitretação é um plasma com baixo grau de ionização o que o classifica como um plasma frio (NASSER,1971).

3.3.1.2 Curva característica voltagem - corrente

O plasma é formado com a aplicação de uma diferença de potencial (ddp) a um gás em um sistema hermeticamente fechado, onde é gerado um campo elétrico responsável pela aceleração dos elétrons livres. Com a aceleração dos elétrons, os mesmos adquirem energia cinética e começam a colidir com partículas neutras presentes no sistema, transferindo energia para as mesmas. Através dessa transferência de energia, acontece a reação de ionização da partícula neutra, que tem como consequência, além da ionização da própria partícula, a liberação de mais elétrons. Com a liberação de mais elétrons, estes iniciam o processo de ionização novamente sendo acelerados e colidindo com mais partículas neutras. Essa reação pode ser descrita conforme a Equação 1.

Onde o G^0 representa a partícula neutra presente no gás, e o G^+ é o íon positivo gerado pela reação de ionização. O $2e^-$ são os elétrons secundários também gerados pela reação de ionização.

3.3.1.3 Regiões do plasma

Durante a nitretação, observa-se diferentes regiões do plasma distribuídos no reator, conforme observa-se na Figura 4. Na descarga anômala utilizada na nitretação, existem regiões de luminosidades distintas no plasma. Estas diferentes regiões podem ser diferenciadas pela distribuição de cargas, corrente, densidade e potencial (NASSER,1971).

Figura 4 - Ilustração das diferentes regiões do plasma quanto a sua luminosidade.

Fonte: ALVES, 2001

A região que não possui luminosidade é chamada de bainha catódica, devido à baixa concentração de cargas nesta região. As regiões luminosas são a luminescência catódica e a luminescência negativa. Na região do cátodo (luminescência catódica) é onde ocorrem fenômenos importantes para a nitretação, como a emissão de elétrons secundários, dissipação de calor, deposição de nitretos, *sputtering* da superfície e a difusão de nitrogênio (NASSER,1971).

3.3.1.4 Processo de nitretação por plasma

O reator utilizado no processo de nitretação por plasma possui basicamente um sistema de alimentação de gás, um termopar para a medição da temperatura durante o processo, uma fonte de potência pulsada e uma bomba de vácuo. No reator também estão os dois eletrodos : o cátodo (porta amostra e amostra) e o ânodo (paredes do reator). Um modelo do equipamento está esquematizado na Figura 5 (NASSER,1971).

Figura 5- Desenho esquemático do funcionamento do equipamento utilizado para o tratamento termoquímico de nitretação por plasma

Fonte: ALVES, 2001

Após a ignição do plasma, deve-se atingir a pressão e a temperatura desejadas para o início do processo de nitretação. Com o aumento da pressão, o plasma irá recobrir a superfície da amostra. O aumento da temperatura é realizado através da aceleração dos íons do plasma na superfície da amostra e quando se atinge o valor de temperatura desejado, inicia-se a nitretação. Com a aceleração de íons em direção ao cátodo, são causadas modificações superficiais no mesmo (NASSER, 1971).

A difusão ocorre devido à alta solubilidade do nitrogênio no α -Ti, onde são formadas camadas com diferentes perfis de dureza (ALI; RAMAN, 2010; NASSER, 1971; YILDIZ *et al.*, 2008; ZHECHEVA *et al.*, 2008)

3.3.2 Nitretação em fonte pulsada e fonte contínua.

Para o tratamento termoquímico de nitretação por plasma existem dois tipos de fontes utilizadas: fonte contínua e fonte pulsada. O plasma pulsado é caracterizado por uma onda quadrada, onde o plasma fica desligado e ligado de uma forma intercalada, fazendo com que o processo de nitretação seja mais eficiente. A Figura 6 representa o pulso de tensão. O pulso está dividido em duas partes, a primeira t_p é dita como o tempo de duração do pulso, e o t_d é o tempo de desligamento do plasma, neste tempo t_d o plasma relaxa com

tendência a se extinguir, alterando assim as espécies ativas do plasma responsáveis pelo processo de nitretação do material (CORDEIRO, 2010)

Figura 6-Configuração de um pulso de tensão.

Fonte: FANCHIN *et al.*,2000

A nitretação por plasma pulsado possui a seguinte vantagem em relação à nitretação por fonte contínua: evitar danos no corpo de prova pela formação de arcos catódicos durante a nitretação por plasma, pois na fonte pulsada, a fonte se desliga ciclicamente antes que haja o acúmulo de cargas elétricas nos eletrodos (FANCHIN *et al.*,2000; NASSER,1971).

Com relação a camada nitretada do corpo de prova das fontes contínua e pulsada não há diferença, pois de acordo com FANCHIN *et al.*,(2000) nos tempos em que o plasma fica desligado, não há tempo de as espécies do plasma que são responsáveis pela nitretação do material se inativarem, o que indica que o tempo que não há pulso na fonte não é suficiente para que se interrompa a nitretação.

Quando uma fonte pulsada é ligada na formação do plasma para nitretação, a população de espécies começa a crescer de maneira exponencial no plasma, e quando este pulso é desligado, as espécies presentes no plasma decaem para seu estado fundamental. Após o pulso, as regiões de cargas concentradas no plasma se dispersam, reestabelecendo assim o equilíbrio do plasma, evitando a formação de arcos e o superaquecimento de peças. (FANCHIN *et al.*,2000)

3.3.3 Mudanças de fase na nitretação por plasma

A mudança de fase na nitretação por plasma é uma das principais etapas do tratamento termoquímico, pois nela formam-se as fases que darão as características desejadas na liga para melhoria de suas propriedades de resistência a fadiga. O modelo mostrado na Figura 7 tem como base as regras

de difusão e aplica-se somente para tratamentos realizados abaixo da temperatura β -*transus* (ZHECHEVA *et al.*,2008).

Devido à alta atividade da liga em altas temperaturas, uma massa de nitrogênio é transferida do meio gasoso para o meio sólido. A massa de nitrogênio que foi transferida é absorvida na superfície da liga formando uma solução sólida intersticial com a fase α do titânio. A camada formada acima da fase α do titânio é chamada de zona de difusão, conforme observa-se na Figura 7 (ZHECHEVA *et al.*,2008).

Figura 7-Representação de formação de fases durante a nitretação por plasma na liga Ti-6Al-4V.

Fonte: ZHECHEVA *et al.*,2008.

O processo de difusão prossegue enquanto a fase α da matriz for capaz de dissolver nitrogênio. Quando a concentração deste na interface gás/metal for maior do que a fase α pode dissolver; ocorre a formação de uma nova fase Ti_2N conforme Figura 7. O processo segue até o momento em que a concentração de nitrogênio na interface gás metal se torna maior do que a aceitável na Ti_2N , e então forma-se outra fase: TiN . A superfície da liga possui então uma camada composta, que consiste nas fases TiN e Ti_2N , seguida pela zona de difusão, e em seguida o material base da liga, conforme Equação 2. (FAROKHZADEH; EDRISY,2015; RODRIGUEZ *et al.*,2001; ZHECHEVA *et al.*,2008).

Dependendo da composição química da liga e da temperatura em que foi realizada a nitretação, a zona de difusão pode ter sua microestrutura alterada. A espessura da camada composta também depende da temperatura, do tempo e do método usado na nitretação. Essa camada cresce como uma parábola, pois a sua espessura tem crescimento linear ao quadrado do tempo de nitretação (ZHECHEVA *et al.*, 2008).

3.3.4 Estudos anteriores de nitretação por plasma na liga Ti-6Al-4V

Diversos estudos de nitretação por plasma na liga Ti-6Al-4V foram feitos, principalmente quanto aos efeitos dos parâmetros temperatura, tempo, atmosfera nitretante e tipo de fonte utilizada no tratamento. Na Tabela 2 são mostrados alguns dos principais estudos realizados, com cada condição utilizada.

Tabela 2-Estudos realizados em diferentes parâmetros de nitretação por plasma.

Autores	Temperatura (C °)	Tempo	Atmosfera	Fonte
YILDIZ <i>et al.</i> , 2008	650- 750	1-4h	25% Ar 75% N ₂	C.C.
YETIM <i>et al.</i> (2009).	650- 750	1-4h	25% Ar 75% N ₂	
FERNANDES <i>et al.</i> (2006),	600-700	14h-12h	50% Ar 50% N ₂	
ALMEIDA <i>et al.</i> , (2018)	700 – 750	4h	45% Ar 45% N ₂ 5% H ₂	C.C.
MOLINARI <i>et al.</i> , (1997)	700-800-1000	24h	80% N ₂ 20% H ₂	
SILVA, <i>et al.</i> , (1999)	946-1218	15min-10h	H ₂ 20% N ₂ 80%	C.C.
OLIVEIRA, 2010)	725	6h	25% H ₂ 75% N ₂	C.C.
FARE <i>et al.</i> (2011).	730	20h	N ₂	PULSADA
HOSSEINI, AHMADI, 2011	700-750-800-850	2-5-10h	80% N ₂ 20% H ₂	PULSADA

Fonte: Autor

3.4 Fadiga

A fadiga é uma forma de falha que ocorre geralmente em estruturas que estão submetidas a tensões oscilantes e dinâmicas. Este tipo de falha costuma ser traiçoeira e catastrófica, ocorrendo sem aviso prévio e repentinamente (DIETER, 1981 ; GARCIA, 2000; VLACK, 1970; SOUZA, 2011).

O processo de fadiga ocasiona a redução da capacidade de carga de componentes devido à ruptura lenta do material. As falhas por fadiga ocorrem devido a tensões presentes no material que provocam deformações localizadas em pontos críticos. Essas deformações localizadas deterioram o material, dando origem a uma trinca que continua crescendo a cada ciclo de carregamento até que esta atinja um tamanho crítico e rompa (DA ROSA, 2002).

3.4.1 A curva tensão x número de ciclos (S-N)

Com a realização do ensaio de fadiga, obtém-se uma curva com os resultados, também chamada de curva tensão-número de ciclos, ou então de curva S-N. O número de ciclos (N), que pode ser representado também em $\log N$, é inserido no eixo das abscissas. A tensão é representada no eixo das coordenadas (S), que também pode ser expressa por meio de logaritmo (SOUZA, 2011).

Os ensaios de fadiga levam a um resultado de tensão como uma função decrescente do número de ciclos que o corpo de prova suporta até se romper, ou seja, quanto maior a vida do corpo de prova, menor deverá ser a tensão aplicada ao material (DA ROSA, 2002). Os materiais podem apresentar dois tipos de comportamentos para a curva S-N, conforme mostrado na Figura 8.

Figura 8-Dois tipos de curva S-N. A) Curva sem limite de fadiga. B) Curva com limite de fadiga.

Fonte: DA ROSA, 2002- adaptado

Na Figura 8 (a), a tensão decresce continuamente com o decréscimo da vida, sendo a vida em fadiga sempre finita neste caso, ou seja, a falha sempre vai ocorrer. A σ_N (tensão de resistência a fadiga) destacada no gráfico representa a tensão em que ocorre uma falha em número de ciclos. Esse tipo de comportamento de curvas S-N é encontrado, por exemplo, para algumas ligas não ferrosas.

Na Figura 8 (b) a tensão diminui até um certo valor, encontrando um limite onde a partir desta tensão o material não irá se romper (σ_f). Neste segundo tipo de curva S-N, a tensão permanece constante em um patamar para vidas superiores a 10^6 ciclos. A tensão abaixo da qual a vida passa a ser infinita é chamada de limite de resistência à fadiga. Isso acontece para ligas de titânio como, por exemplo, a liga Ti-6Al-4V (DA ROSA, 2002 ; SOUZA, 2011).

A curva S-N também pode ser dividida em duas regiões: fadiga de alto ciclo e fadiga de baixo ciclo. A fadiga de alto ciclo é a região onde a ruptura ocorre em número de ciclos maior que 10^4 ciclos, já a fadiga de baixo ciclo ocorre quando o número de ciclos é inferior a este (GARCIA, 2000; SOUZA, 2011; ZIMMER, 2011).

3.4.2 Fadiga flexo-rotativa

Dentre os ensaios de fadiga existentes, o ensaio de fadiga do tipo flexo rotativo foi utilizado neste trabalho. O esquema de funcionamento da máquina de fadiga utilizada está representado na Figura 9.

Figura 9-Detalhes do funcionamento da máquina de ensaios de fadiga do tipo flexo-rotativa.

Fonte: Autor.

Conforme mostrado na Figura 9, uma das extremidades do corpo de prova é fixada ao eixo do motor da máquina, enquanto uma carga é aplicada na extremidade oposta. Quando o motor é acionado, o corpo de prova acompanha a rotação do eixo e a partir desse momento conta-se o número de ciclos até que o corpo de prova se rompa. Neste ensaio, as fibras do corpo de prova ficam em uma solicitação alternada, ou seja, em qualquer ponto da superfície do corpo de prova existe uma reversão de tensão completa, ou seja, quando o corpo de prova está submetido a uma compressão máxima na região inferior do corpo de prova, uma tração máxima estará sendo aplicada na região superior do corpo de prova (CASTRO, 2012).

3.4.3 Estágios da fadiga

A ruptura por fadiga pode ser dividida em 3 estágios: nucleação e propagação microscópica da trinca (estágio 1), propagação macroscópica da trinca (estágio 2) e ruptura do material (estágio 3), conforme observa-se na Figura 10 (OBERWINKLER *et al.*, 2011).

Figura 10-Representação dos três estágios da propagação de trinca por fadiga

Fonte: DONATO, 2016.

Na Figura 10 observa-se que o primeiro estágio tem uma propagação de trinca na ordem de alguns grãos do material, e que a mesma acontece devido a tensões de cisalhamento, diferentemente dos estágios 2 e 3, onde é necessário a aplicação de tensões de tração no material para que estas ocorram. Cada estágio da propagação de trinca será explicado detalhadamente mais à frente.

Em alguns casos, a trinca não passa pelo estágio de nucleação, em virtude do material ensaiado possuir uma trinca pré-existente em sua superfície. Essa trinca pré-existente pode ser devida a processos de fabricação, como por exemplo, soldagem, usinagem ou forjamento (DA ROSA, 2002).

A ruptura do material segue as seguintes etapas: A) deformações a frio e escorregamentos causados pela tensão cíclica. B) redução da ductilidade nas regiões onde ocorreu o encruamento gerando fissuras microscópicas. C) concentração de tensões nesta fissura até que ocorra a ruptura total (DA ROSA, 2002; VLACK, 1970).

3.4.3.1 Estágio 1 : Nucleação e propagação microscópica da trinca.

As falhas por fadiga estão ligadas diretamente a deformações plásticas que ocorrem no material, e as deformações plásticas neste caso estão ligadas com as tensões de cisalhamento aplicadas onde ocorre a movimentação de discordâncias. A fadiga ocorre através de um mecanismo: a cada meio ciclo,

são produzidas pequenas deformações no material que não são completamente reversíveis (DA ROSA, 2002; VLACK, 1970).

Em materiais policristalinos, os grãos possuem uma orientação cristalográfica preferencial, e a deformação plástica se inicia em grãos mais desfavoravelmente orientados, ou seja, se inicia em planos próximos à direção que corresponde à tensão de cisalhamento máxima, conforme observa-se na Figura 12. A nucleação de trincas ocorre pela formação dos planos de deslizamento. Um conjunto de planos de deslizamento forma então uma banda de deslizamento. Em 1% da vida do material, já existem bandas de deslizamento formadas na superfície do corpo de prova (DA ROSA, 2002; SOUZA, 2011).

As bandas de deslizamento na superfície do material geram reentrâncias chamadas de intrusões e saliências chamadas de extrusões, conforme observa-se na Figura 11. Com a presença dessas irregularidades na superfície do material, formam-se então pontos de concentração de tensão, que por fim levam a nucleação de microtrincas na superfície. De uma maneira geral, as microtrincas são geradas pelas intrusões, e após a nucleação elas se propagam paralelas ao plano de tensão cisalhante máxima (DA ROSA, 2002).

Figura 11-Esquema de formação das bandas de deslizamento na superfície do material pelo mecanismo de solitação cíclica. Estágio de nucleação e propagação microscópica da trinca.

Fonte: DA ROSA, 2002

As microtrincas da superfície continuam crescendo de um modo microscópico, possuindo aproximadamente o tamanho de um grão, e este tende a aumentar até que elas atinjam um tamanho crítico, onde a partir deste, as trincas começam a se propagar em direções perpendiculares as tensões de

tração aplicadas no ensaio, iniciando o mecanismo de propagação de trinca de estágio 2 (DA ROSA, 2002).

3.4.3.2 Estágio 2 : Mecanismo de propagação macroscópica da trinca

O mecanismo de embotamento e afinamento de forma repetitiva na ponta da trinca é o responsável pela propagação da trinca, que é demonstrado na Figura 12. Nessa etapa a velocidade de propagação da trinca é maior ($\mu\text{m/ciclo}$) quando comparado com o estágio 1, e a sua propagação fica bem definida surgindo as estrias de fadiga a medida que a trinca avança (DA ROSA,2002).

Figura 12-Mecanismo de embotamento e afinamento da ponta da trinca responsável pela propagação macroscópica da trinca. I) relação da tensão pelo tempo. II) mecanismo de embotamento e afinamento.

Fonte: I) DA ROSA, 2002 ; II) DIETER, 1981- adaptado.

Na Figura 12 I) estão representadas as tensões de tração e de compressão aplicadas na trinca, e na Figura 12 II) está a resposta da ponta da trinca para cada aplicação de tensão .Na Figura 12 (a), a ponta da trinca é aguda. A medida que uma tração é aplicada, o entalhe na ponta da trinca concentra o deslizamento nos planos a 45° com a superfície da trinca (Figura 12 b). Conforme a trinca se alarga até seu máximo, (Figura 12 c) ela avança por cisalhamento plástico juntamente com sua ponta se tornando rombuda. Quando a carga muda para compressão, as direções de deslizamento são invertidas (Figura 12 d), as trincas são compactadas e a nova superfície da trinca, é forçada para o plano da trinca (Figura 12 e) onde é dobrada por flambagem formando uma ponta de trinca aguda. Assim, a trinca já está pronta para avançar e seguir para o próximo ciclo (DA ROSA, 2002; GROSS, LAMPMAN, 1996).

A trinca no estágio 2 irá se propagando macroscopicamente e descontinuamente ao longo do plano que está em um ângulo reto com o plano de tensões aplicado no corpo de prova. O tamanho da trinca aumenta a cada ciclo de tensão, através do mecanismo de abertura e fechamento da ponta da trinca, fazendo com que ocorra o crescimento da mesma (SOUZA, 2011).

3.4.3.3 Estágio 3 : Fratura por fadiga

Na Figura 13, observa-se uma fratura típica de fadiga determinada pela mecânica da fratura, onde pode-se observar marcas de praia, o ponto de nucleação das trincas, área de propagação e ruptura catastrófica.

Figura 13-Mecanismo de embotamento e afinamento da ponta da trinca responsável pela propagação macroscópica da trinca.

Fonte: DA ROSA, 2002.

As fraturas por fadiga possuem duas zonas: a primeira é produzida por meio de desenvolvimento progressivo e gradual da trinca, e a segunda é na ruptura brusca do material por fadiga. As duas zonas possuem uma principal diferença entre elas: a zona brusca possui uma superfície rugosa e já a primeira é bem lisa. Outro detalhe importante é a zona de deformação plástica, que na maioria das vezes está localizada na superfície do material ensaiado (SOUZA, 2011).

Uma característica importante na observação das fraturas de fadiga são as marcas de praia ou *beach lines*. Essas marcas são características típicas de

fadiga e são levadas a origem da falha, onde pode-se obter a informação de onde se originou a falha (SOUZA,2011).

É necessário destacar a diferença entre as estrias vistas através de um microscópio eletrônico como as marcas de praia, que são observadas macroscopicamente. As marcas de praia são carregamentos cíclicos que podem conter milhares de estrias dentro dessa região, e são geralmente provenientes de mudanças de magnitude ou de frequência de carregamento. As estrias são bem menores que o tamanho do grão do material a ser analisado, e elas representam um avanço da trinca resultante de um ciclo de carregamento (STROHAECKER,s.d.).

4 Materiais e métodos

Este trabalho foi desenvolvido por meio da comparação experimental do desempenho mecânico entre corpos de prova que foram tratados termoquimicamente pela nitretação por plasma e corpos de prova não tratados. Os parâmetros de nitretação utilizados foram obtidos através do estudo de (ALMEIDA, 2017). A figura 14 mostra o fluxograma esquemático de todas as atividades envolvidas neste trabalho.

Figura 14-Fluxograma esquemático das etapas práticas realizadas neste trabalho

Fonte: Autor.

4.1 Material

O material utilizado foi uma liga de titânio Ti-6Al-4V, cuja composição química segue os critérios da norma ASTM F136 (2008). O material foi adquirido em duas barras de diâmetro 12,70 mm e comprimento de 3140 mm na condição recozida (800°C/2 horas).

4.2 Usinagens dos corpos de prova

A partir das duas barras de titânio, os corpos de prova para ensaio de fadiga e de tração foram usinados, cujo desenho esquemático e medidas estão representados na Figura 15, sendo o corpo de prova de fadiga já utilizado nesta geometria em trabalhos anteriores (BORGES, 2017; BONFITTO, 2016).

Figura 15-Desenho mecânico dos corpos de prova usinados. A) corpo de prova para ensaio de tração b) corpo de prova para ensaio de fadiga.

Fonte: a) ASTM E08. b) Autor.

4.3 Tratamento térmico para obtenção da microestrutura de Widmanstätten

Para a obtenção da microestrutura de Widmanstätten, foi realizado o tratamento térmico em todos os corpos de prova de fadiga em temperaturas acima da transição $\alpha \rightarrow \beta$ de 995°C. O forno utilizado é da marca Jung (modelo LT3101301), conforme Figura pertencente ao Laboratório de Metalografia da Universidade Presbiteriana Mackenzie.

Durante o tratamento, o forno foi mantido com um fluxo constante de argônio, para que não houvesse oxidação dos corpos de prova. Conforme observa-se na Figura 16, a taxa de aquecimento do forno é de 20°C/min, e após a temperatura do forno se estabilizar em 1050°C essa temperatura é

mantida por 30 minutos. Após esse tempo o forno é resfriado lentamente a uma taxa de 6°C/min.

Figura 16-Gráfico de temperatura x tempo do tratamento térmico para obtenção da microestrutura de Widmanstätten.

Fonte: Autor

O tratamento térmico representado pelo desenho esquemático 20 foi dividido em 3 etapas

Etapa I: Aquecimento do material até 1050°C;

Etapa II: Manutenção dessa temperatura durante 30 minutos;

Etapa III: Resfriamento do material em atmosfera de argônio até temperatura ambiente.

4.4 Nitretação por plasma

O tratamento termoquímico superficial de nitretação por plasma foi realizado no Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), no laboratório de plasmas e processos (LPP).

4.4.1 Equipamentos

Para a fixação dos corpos de prova de fadiga no reator de nitretação por plasma foi necessário a utilização de um porta amostras, o qual foi desenvolvido para o estudo de ALMEIDA (2017), onde até dez corpos de prova podem ser fixados através de roscas deixando-os na posição vertical, conforme mostra a Figura 17.

Figura 17-Desenho mecânico do porta amostras utilizado na nitretação por plasma para fixação dos mesmos dentro do reator.

Fonte: ALMEIDA, 2017 (adaptado)

Para o controle dos parâmetros da nitretação foram usados os equipamentos: sensor de pressão da marca Edwards, controlador de fluxo de massa de quatro canais da marca MKS Instruments modelo 247 e uma fonte de alimentação da marca AE advanced energy modelo DC Pinnacle plus, com tensão máxima de 650 V, potência máxima de 1500 W e corrente máxima de 2 A. A Figura 18 mostra o reator utilizado para a nitretação por plasma. O reator possui duas janelas laterais para observação e também possui um sistema de vácuo acoplado para utilização no processo de nitretação.

Figura 18-Reator utilizado na nitretação por plasma.

Fonte: Autor

4.4.2 Limpeza dos corpos de prova

Os corpos de prova de fadiga utilizados na nitretação foram embebidos em um recipiente com água e tensoativo e limpos numa cuba de ultrassom

durante 15 minutos seguido de lavagem em água corrente. Após a lavagem, os mesmos foram embebidos individualmente em álcool isopropílico e colocados na cuba de ultrassom por mais 15 minutos, em seguida foram secos à temperatura ambiente. A limpeza é necessária para que não haja contaminantes nos corpos de prova, a fim de evitar a abertura de arcos durante o processo de nitretação. Após a limpeza, os corpos de prova foram manipulados com luvas para evitar a contaminação.

4.4.3 Limpeza do reator

As peças internas do reator foram limpas antes e após o processo de nitretação, devido à utilização deste para diversos fins e também para que seja evitada a abertura de arcos durante a nitretação. A limpeza de cada componente do reator deve ser feita separadamente. Primeiro lixaram-se as peças retirando os contaminantes, em seguida estas são lavadas com esponja e tensoativo, a fim de retirar qualquer resíduo da lixa. Por fim, estas foram limpas com álcool isopropílico e inseridas novamente no reator.

4.4.4 Teste inicial de nitretação

Antes de iniciar o processo de nitretação por plasma, realizaram-se dois testes iniciais. Os testes foram necessários, pois o porta amostras utilizado na nitretação foi desenvolvido para corpos de prova de fluência, que possuem geometria e tamanho distintos dos corpos de prova de fadiga. Portanto, o comportamento do plasma com a geometria dos corpos de prova de fadiga necessitou ser avaliado. Outro fator que levou a realização de testes anteriores ao processo foi o fato de haver um furo de centralização, feito no momento da usinagem, na extremidade superior dos corpos de prova. Esse furo poderia acarretar em um aprisionamento de plasma, formando arcos elétricos e aumentando a temperatura do processo de nitretação.

Os testes foram realizados somente com fluxo de gases de hidrogênio (10 sccm) e argônio (100 sccm). Além disso, por motivos de facilidade de usinagem, os corpos de prova dos testes iniciais foram feitos a partir de barras de seção cilíndrica homogênea, com comprimento e diâmetro equivalentes aos corpos de prova do estudo em questão, porém sem o raio central, já que este último só terá importância nos testes de fadiga.

O primeiro teste foi realizado com os corpos de prova da liga de alumínio com o objetivo de verificar a abertura de arcos nos furos do corpo de prova. Foram rosqueados 10 corpos de prova no porta amostras (figura 19) e a temperatura do teste seria de 750 °C (temperatura necessária para a nitretação da liga Ti-6Al-4V) mas, quando a temperatura se aproximou de 700 °C, os corpos de prova começaram a se fundir, sendo necessário encerrar o teste. Verificou-se que com 10 corpos de prova encaixados no porta amostra, a distância entre os mesmos não seria adequada para uma distribuição homogênea do plasma, ocorrendo um aumento da temperatura de nitretação. Concluiu-se então que seria necessário diminuir a quantidade de corpos de prova no porta amostras pela metade, não sendo possível neste teste saber se haveria a abertura de arcos, pois a temperatura de nitretação (750 °C) não foi atingida.

Figura 19-Corpos de prova de alumínio após o primeiro teste de nitretação por plasma.

Fonte: Autor

O segundo teste foi realizado com um material que suportaria a temperatura desejada (750 °C), sendo utilizados então corpos de prova de aço baixo carbono. Durante o teste houve abertura de arcos em dois pontos: furos de rosqueamento dos corpos de prova vagos no porta-amostras, e parte da rosca do corpo de prova que ficou exposta acima da base do porta amostras.

Para evitar a abertura dos arcos na nitretação, foi necessário tampar as roscas vazias do porta amostras com parafusos, bem como cortar o excesso de rosca de encaixe dos corpos de prova, nivelando assim o encaixe dos mesmos conforme Figura 20.

Figura 20-Corpos de prova de aço inox do segundo teste de nitretação a) Corpos de prova com roscas já cortadas. b) Corpos de prova rosqueados no porta amostra, com o nivelamento das roscas vazias do porta amostra

Fonte: Autor

Após os testes realizados no reator com diferentes materiais e corpos de prova, foi iniciada a nitretação por plasma nos corpos de prova de fadiga, sendo necessária a divisão dos mesmos em lotes, utilizando as melhores disposições de corpos de prova no porta amostra, conforme Figura 21.

Figura 21-a) Corpos de prova da liga Ti-6Al-4V posicionados no porta amostra para a nitretação por plasma. b) Porta amostra inserido no reator para a nitretação.

Fonte: Autor

4.4.5 Processo de nitretação por plasma

Os parâmetros elétricos, fluxo de gases, pressão e a divisão da quantidade de corpos de prova em cada lote utilizados na nitretação por plasma estão descritos conforme Tabela 3. O processo de nitretação dos 14 corpos de prova foram divididos em três lotes.

Tabela 3-Média e desvio padrão dos parâmetros utilizados na nitretação por plasma.

Lote	Quantidade CP	Temperatura °C	Pressão (torr)	Corrente (A)	Tensão (V)	Potência (W)
1	5	730±3	4,4	2,65±0,04	416±1	1102±24
2	5	731±7	4,7	2,89±0,14	409±7	1185±7
3	4	717± 7	4,2	2,45±0,06	431±6	1059±7

Fonte: Autor

O fluxo de gases utilizado no processo de nitretação foi realizado conforme trabalho de ALMEIDA (2017), sendo estes 50 sccm de Ar, 50 sccm de N₂ e 10 sccm de H₂. Esta foi a condição de fluxo de gases que formou uma camada mais homogênea e de espessura desejada na liga Ti-6Al-4V. O processo de nitretação é descrito pelo fluxograma mostrado na Figura 22.

Figura 22-Fluxograma do processo utilizado na nitretação por plasma.

Fonte: Autor

4.5 Microscopia óptica (MO)

Com objetivo de verificar a semelhança microestrutural entre as duas barras adquiridas, foram preparadas amostras por meio de corte em pequenas seções transversais das barras, embutimento em resina termorrígida de baquelite e lixamento com uma sequência de lixas de granulometria mais grosseira para mais refinada, sendo elas: 280, 400, 600 e 1200 mesh. Posteriormente, as amostras foram polidas com sílica coloidal 0,04 μm em um pano de polimento metalográfico até a obtenção de uma superfície espelhada e sem riscos prontas para serem atacadas quimicamente com uma solução de 10 mL de ácido fluorídrico (HF) e 2,5 mL de ácido nítrico (HNO_3) durante 3 segundos. A microestrutura revelada foi, após lavagem e secagem das amostras, observada em um microscópio óptico Olympus (modelo BX 60) localizado no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).

Para estudo da microestrutura das amostras nitretadas e avaliação da formação da camada composta de nitretos e da camada de difusão foi necessário um corte transversal da extremidade dos corpos de prova nitretados, sendo este procedimento realizado para os lotes 1, 2 e 3. A sequência de preparação das amostras após a nitretação a plasma foi semelhante à das amostras não nitretadas.

4.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada no Centro de Ciência e Tecnologia de materiais (CCTM) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-USP. O equipamento utilizado foi da marca Philips modelo (XL-30). Esta técnica foi utilizada para verificação da camada nitretada e da camada difusa formada após a nitretação por plasma. As amostras também foram analisadas com recurso para medir distância entre dois pontos, possibilitando assim as medidas das camadas composta e de difusão.

Ao término do ensaios de fadiga da liga nitretada e não nitretada, os corpos de prova rompidos foram observados em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) de marca Philips modelo (XL-30). O objetivo das inspeções foi de observar detalhadamente a superfície de fratura, a fim de identificar os micromecanismos e macromecanismos de fratura por fadiga.

4.7 Difração de raios X

As análises de difração de raios X foram realizadas no laboratório de difração de raio X do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-USP no difratômetro Rigaku, modelo Multiflex, utilizando-se radiação $K\alpha$ de cobre (comprimento de onda 15,42 nm), com varredura de 10° a 80° para avaliação e comparação dos três lotes nitretados, e para comparação das amostras nitretadas e não nitretadas varredura 30° a 70° ambos com passo de 0,06° e velocidade de 2°/min. Foi selecionado um corpo de prova aleatoriamente de cada lote nitretado, sendo o ensaio realizado em um ponto da superfície. Os dados recebidos foram plotados no software Crystallographica Search-Match, e por meio da comparação com os arquivos JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards), foram identificadas as diferentes fases presentes. A distância interplanar (d) foi calculada por meio da lei de Bragg, mostrada na Equação 3.

$$n\lambda = 2d \sin\Theta \quad (3)$$

4.8 Rugosidade superficial

Para a determinação da rugosidade superficial dos corpos de prova, foi utilizado um rugosímetro Mitutoyo Modelo SJ-301 do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN). Para as medições nos corpos de prova foi utilizado comprimento de amostragem de *cutoff* 0,08 mm e as medidas foram feitas em linha. O ensaio foi realizado nos corpos de prova nitretados e não nitretados, com o objetivo de identificar as possíveis mudanças superficiais que o processo poderia acarretar. Foram efetuadas cinco medidas em cinco corpos de prova aleatórios dos três lotes para a liga nitretada e a mesma quantidade de corpos de prova para a liga não nitretada. Após as medições foram obtidas a média e o desvio padrão dos valores encontrados. As medidas de rugosidade foram efetuadas em toda a área útil do corpo de prova. O parâmetro de rugosidade utilizado foi o Ra (Rugosidade Aritmética), pois o corpo de prova possui superfície bem orientada obtida pela usinagem. O cálculo para obtenção do valor final de rugosidade foi realizado pela média de todos os picos e vales.

4.9 Ensaio de tração

A fim de determinar algumas das propriedades mecânicas da liga foram realizados ensaios de tração conforme a norma ASTM E-8 no Laboratório de Ensaio mecânicos do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-USP. A máquina universal de ensaios Instron 4400R (capacidade máxima 10 ton) foi utilizada nessa etapa. A velocidade de deslocamento do travessão foi de 1mm/min.

4.10 Excentricidade

Com o objetivo de verificar o alinhamento dos corpos de prova (garantindo assim a uniformidade das tensões aplicadas durante o ensaio de fadiga), foram feitas medidas de excentricidade nos mesmos da seguinte maneira: fixando-se uma das extremidades do corpo de prova à máquina de fadiga, o mesmo foi rotacionado manualmente e foi verificada sua excentricidade através da leitura em um relógio comparador posicionado na outra extremidade conforme Figura 23. Todos os corpos de prova tiveram medidas iguais ou inferiores a 0,2 mm.

Figura 23-Medição de excentricidade pelo relógio comparador dos corpos de prova antes do ensaio de fadiga

Fonte: Autor

4.11 Ensaio de Fadiga

O ensaio de fadiga foi realizado a fim de determinar a vida e a resistência à fadiga nas condições nitretada e não nitretada. O ensaio foi realizado no IPEN no Laboratório de Ensaios Mecânicos e Metalurgia. O equipamento utilizado para este ensaio foi uma máquina de fadiga flexo-rotativa pertencente ao Mackenzie e cedida temporariamente ao IPEN. Os ensaios de fadiga foram realizados em temperatura ambiente.

Para os ensaios de fadiga, foi utilizada a razão de carregamento $R = -1$ e uma frequência de 50 Hz. As cargas utilizadas nos ensaios de fadiga foram calculadas a partir das tensões de escoamento obtidas nos ensaios de tração. Para o primeiro ensaio de fadiga foi utilizada uma carga correspondente a 60 % do valor da tensão de escoamento (610 MPa) para os demais corpos de prova foram empregadas tensões sucessivamente mais baixas, até o momento em

que os mesmos resistiram um número de ciclos superior a 10^6 , sendo este o número de ciclos requerido para vida infinita. Foi determinado então o limite de resistência à fadiga da liga Ti-6Al-4V nas condições nitretada e não nitretada.

Para a obtenção dos valores das cargas aplicadas nos ensaios, foram necessários alguns cálculos: transformou-se a primeira tensão de carregamento (610 MPa) para kgf/mm², já que os pesos utilizados na máquina são medidos em kgf, como usado na Equação 4.

$$\sigma \left(\frac{\text{kgf}}{\text{mm}^2} \right) = \sigma (\text{Mpa}) / 9,8 \quad (4)$$

O valor da tensão corresponde a 62 kgf/mm². Além da tensão, o peso também deve ser calculado conforme a Equação 5. Após a aplicação da Equação 5, o valor obtido da primeira tensão foi de 62 kgf/mm².

$$\sigma (\text{kgf}) = \frac{P \times L}{\frac{\pi \times d^3}{32}} \quad (5)$$

Onde :

P= peso aplicado na máquina (kgf)

L= distância entre o centro do corpo de prova e da aplicação da carga (mm).

d= diâmetro da área útil do corpo de prova (mm)

Sabendo que L = 100 mm e o d = 8 mm, conforme já calculado e utilizado em trabalhos anteriores por BORGES (2017), encontra-se o valor de 30 kgf. O mesmo raciocínio foi utilizado para calcular as cargas dos demais ensaios, conforme observa-se na Tabela 4.

Tabela 4-Cálculos de carregamentos utilizados nos ensaios de fadiga

Tensão (Mpa)	Tensão (kgf/mm²)	Peso (kgf)
610	62	30
508	52	25
406	41	20
304	31	15
284	39	14
263	27	13
203	20	10

Fonte: Autor

A Figura 24 mostra a máquina utilizada para ensaio de fadiga flexo-rotativa deste trabalho. A máquina atinge uma rotação máxima de 6000 RPM e podem ser aplicadas cargas de 5 a 85 kgf.

Figura 24-A) Máquina utilizada nos ensaios de fadiga flexo-rotativa. B) detalhes o corpo de prova já na máquina, pronto para ser ensaiado.

Fonte: Autor.

As curvas S-N foram obtidas através dos resultados calculados e obtidos pelo ensaio de fadiga, plotadas em um gráfico com a tensão (S) na ordenada y e o número de ciclos (N) na abcissa.

5 RESULTADOS

5.1 Metalografia

A Figura 25 A apresenta a micrografia da seção transversal de uma das barras de Ti-6Al-4V, da forma como recebida. Após comparação das micrografias das duas barras, verifica-se que ambas possuem microestruturas equivalentes. Observa-se que a matriz é composta por grãos α (região clara) e grãos β (região escura) dispersas uniformemente, com microestrutura típica equiaxial, sendo esta também encontrada por outros autores POTOMATI *et al.* (2012) e ZIMMER (2011).

Figura 25-Liga Ti-6Al-4V observada por microscopia óptica. A) Liga sem tratamento com microestrutura equiaxial. B) Liga após tratamento térmico com microestrutura Widmanstätten.

Fonte: Autor

Foi realizado o tratamento térmico nos corpos de prova a fim de se obter uma microestrutura de Widmanstätten (lamelar). A Figura 25 B apresenta essa microestrutura observada pelo microscópio óptico após o tratamento térmico, onde as mesmas fases α e β encontradas na figura 25 A estão presentes na figura 25 B, porém estas estão em forma de lamelas, o que constitui a microestrutura de Widmanstätten, conforme também foi encontrado por outros autores (FAROKHZADEH e EDRISY, 2015; ZUO *et al.* 2008).

Após o tratamento térmico, os corpos de prova foram nitretados por plasma. A Figura 26 foi obtida durante a nitretação por plasma, com os corpos de prova inseridos no reator. A região luminosa próxima ao cátodo (corpo de prova) é chamada de luminescência negativa. A sua coloração lilás observada é devida aos gases presentes na atmosfera nitretante e também ao material do cátodo (DAUDT, 2012; ALVES, 2001).

Figura 26-Corpos de prova no reator durante a nitretação por plasma.

Fonte: Autor

As figura 27 (a) e 27 (b) mostram os corpos de prova antes e depois da nitretação por plasma.

Figura 27-Corpos de prova de titânio. a) antes da nitretação com coloração cinza b) Após a nitretação com coloração dourada.

Fonte: Autor

Observa-se na Figura 27 (a) , que os corpos de prova apresentavam uma coloração acinzentada, sendo esta alterada após a nitretação, conforme figura 27 (b), onde estas se apresentam na coloração dourada. A coloração dourada é obtida somente quando há formação de nitretos na superfície, conforme também discutido por outros autores. (SHIBATA *et al.* 1993; TOKAJI *et al.*, 1993) Foi observado também que a intensidade da coloração dourada aumenta com o aumento do tempo e da temperatura de nitretação (RAHMAN, *et al.*, 2007; SHIBATA *et al.* 1993, TOKAJI *et al.*, 1993)

Medidas de espessura da camada nitretada foram realizadas através do microscópio óptico. Vinte pontos de medições de espessura de camada foram

realizados ao longo de todo o diâmetro de uma amostra para cada um dos lotes de nitretação. A Tabela 5 mostra todos os resultados das medições dos lotes, onde se observa uma coerência de valores, o que indica uma formação de camada uniforme de nitretos. Foi obtida uma média de 10 μm .

Tabela 5-Pontos de medição da camada nitretada obtidos por meio do microscópio óptico.

Lote 1 (μm)	Lote 2 (μm)	Lote 3 (μm)
10,5	9,4	11,2
11,9	9,5	10,4
9,5	10,2	10,2
10,5	10,3	10,2
11,2	8,7	9,6
11,4	8,9	9,7
10,4	10,4	10,3
10,2	10,2	10,5
10,2	10,2	12,1
9,6	9,6	8,8
9,7	9,7	9,4
9,9	11,9	10,4
10,3	9,5	10,2
10,5	10,5	10,9
12,1	11,2	10,5
12,0	10,4	9,6
11,6	10,2	9,8
11,3	9,3	8,9
9,4	9,7	11,2
8,3	9,6	8,4

Fonte: Autor

As figuras 28 (a), 28 (b), 28 (c) mostram por microscopia óptica a camada dos lotes 1, 2 e 3 de nitretação respectivamente, com destaque para a camada nitretada seguida da microestrutura de Widmanstätten.

Figura 28-Micrografia da liga Ti-6Al-4V na condição nitretada observada pelo microscópio óptico a) lote 1 de nitretação b) lote 2 de nitretação c) lote 3 de nitretação.

Fonte: Autor

Observa-se nas figuras 28 (a), 28 (b), 28 (c) que as camadas nitretadas nos três lotes possuem dimensões semelhantes entre si conforme também observado pelas medidas indicadas na Tabela 5. Portanto pode-se concluir que os três lotes foram nitretados em parâmetros semelhantes, obtendo resultados semelhantes de espessuras de camadas, não apresentando crescimento de grão do substrato.

A Figura 29 foi obtida por meio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV), onde se destacam as regiões de camada composta e camada difusa dentro da região identificada como camada nitretada. Nota-se a presença de dois estágios de formação da camada nitretada. O primeiro estágio se forma na interação entre a superfície da liga e as partículas ativas

na atmosfera nitretante, e o segundo estágio é formado na difusão dos átomos de nitrogênio no interior da liga Ti-6Al-4V (YILDIZ *et al.*,2008). Portanto, a camada nitretada é dividida em duas partes: a primeira camada mais superficial composta pelos nitretos de titânio (Ti_2N e TiN) ,devido ao nitrogênio ser um elemento estabilizador da fase alfa, e logo abaixo dessa camada uma região de difusão de átomos de nitrogênio na fase alfa da liga Ti-6Al-4V. Abaixo das duas camadas observa-se a matriz com microestrutura do tipo Widmanstätten.

Figura 29-Camadas de difusão e de compostos da liga Ti-6Al-4V na condição nitretada obtida por microscopia eletrônica de varredura.

Fonte: Autor

É possível observar também que as camadas têm espessuras irregulares, que torna mais complexa a medição. Os valores de espessura foram obtidos através da média de 15 medidas de cada um dos lotes nitretados (tabela 9), em regiões distintas do corpo de prova por meio do microscópio eletrônico de varredura. A Tabela 6 apresenta a média e o desvio padrão das medições descritas na Tabela 7.

Tabela 6-Média e desvio padrão das camadas composta de nitretos e de difusão do nitrogênio na liga Ti-6Al-4V.

Camada Composta	Camada Difusa
$3,7 \pm 1,4 \mu m$	$10,3 \pm 2,5 \mu m$

Fonte: Autor.

A Tabela 7 apresenta individualmente os valores encontrados nas medições de cada lote.

Tabela 7-Valores obtidos pela medição de camadas de cada lote de nitretação por meio do microscópio eletrônico de varredura.

Lote 1		Lote 2		Lote 3	
Camada composta	Camada difusa	Camada composta	Camada difusa	Camada composta	Camada difusa
4,40	13,40	3,80	9,94	3,03	11,76
4,20	15,71	3,65	6,84	2,80	8,43
2,18	9,87	4,93	11,40	5,87	12,20
1,50	9,21	5,10	9,23	2,77	8,03
2,43	9,87	5,43	7,30	2,95	12,20
4,51	9,44	3,50	7,32	4,50	8,03
6,20	13,44	6,70	15,89	5,22	7,01
2,03	7,22	4,20	12,45	5,78	7,54
2,98	13,21	1,23	12,76	3,76	7,99
3,22	8,65	1,98	11,78	4,26	10,22
2,41	9,23	4,34	8,67	2,76	12,12
3,51	9,55	4,10	13,60	1,50	7,88
2,30	13,78	3,65	9,56	6,87	10,89
2,31	13,75	4,10	8,54	4,56	13,78
6,11	9,12	2,66	6,45	2,50	13,90
3,54	7,31	6,55	9,60	2,50	14,01

Fonte: Autor

De acordo com o estudo de ZIMMER (2011), a camada formada por nitretos pode ter espessuras variando de 1 a 50 μm , enquanto que a camada de difusão pode chegar a espessuras de centenas de micrometros. De acordo com os estudos de YILDIZ *et al.*, 2008 a espessura da camada de nitretos foi de até 2 μm , para uma nitretação por plasma realizada a uma temperatura média de 700°C. De acordo com os estudos de FAROKHZADEH e EDRISY (2015), para amostras nitretadas a 600°C, as espessuras das camadas de nitretos e de difusão foram 2 e 44 μm , respectivamente. Para as nitretações realizadas em temperaturas de 900°C, as espessuras das camadas de nitretos e de difusão, obtidas por esses mesmos autores, foram respectivamente 5,8 e 19 μm . Segundo RAHMAN, *et al* (2007) a espessura encontrada da camada de nitretos foi de 3 μm para nitretações realizadas a uma temperatura de 700°C e espessura de 9 μm para nitretações realizadas a 900°C.

Observa-se então uma coerência nos resultados de espessura de camadas deste trabalho quando comparados aos obtidos por outros autores (FAROKHZADEH; EDRISY, 2015; RAHMAN, *et al.*, 2007; YILDIZ *et al.*, 2008; ZHECHEVA *et al.*, 2008).

5.2 Difração de raios X

A Figura 30 apresenta o difratograma da liga Ti-6Al-4V não nitretada. Este ensaio foi realizado em uma pastilha da barra no estado recozido. Após análise do difratograma, foram identificadas apenas duas fases na liga: α (JCPDS 44-1294) de estrutura hexagonal compacta (HC) e a fase β (JCPDS 44-1288) de estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), igualmente os identificados também por ALMEIDA, (2017), YILDIZ *et al.* (2008) e YETIM *et al.* (2009).

Figura 30-Difratograma de raios X da liga Ti-6Al-4V no estado como recebido (não nitretada).

Fonte: Autor

No difratograma pode ser observada a presença de 3 picos relativos às reflexões dos planos (110) (200) (211) da fase β sendo que dois são coincidentes com os picos de reflexão dos planos (002) (103) da fase α . O único pico da fase β não coincidente com os picos da fase α é o pico relativo à reflexão do plano (200), porém de baixa intensidade relativa. A reflexão que possui maior intensidade da fase β é relativa ao plano (110), que é coincidente à reflexão do plano (002) da fase α . Em função disto, existe certa dificuldade na identificação da fase β nas ligas de titânio somente por difração de raios X quando a fase α também está presente (ALMEIDA, 2017).

Na Figura 31 são apresentados os três difratogramas dos corpos de da liga Ti-6Al-4V nitretados, respectivos aos lotes 1,2 e 3 de nitretação.

Figura 31-Difratogramas de raios X da liga Ti-6Al-4V na condição nitretada dos lotes 1, 2 e 3 de nitretação

Fonte: Autor

A análise de DRX dos três lotes confirmou a presença das fases: δ -TiN (JCPDS 38-1420) de estrutura cúbica de face centrada (CFC) e ϵ -Ti₂N (JCPDS 17-0386) de estrutura tetragonal além das fases α e β também presentes assim como na amostra não nitretada conforme encontrado pelos estudos de ALMEIDA (2017), FERNANDES *et al.* (2006), RODRIGUEZ *et al.* (2001), YETIM *et al.* (2009), YILDIZ *et al.* (2008) e ZHECHEVA *et al.* (2008)

Comparando os difratogramas dos lotes nitretados, há uma variação de intensidade relativa de picos. Isto ocorre devido a uma orientação cristalográfica preferencial para a camada Ti₂N, onde planos desta fase se encontram alinhados com a superfície (ALMEIDA, 2017).

A figura 32 mostra os difratogramas da liga Ti-6Al-4V não tratada comparando com o difratograma da liga após a nitretação por plasma.

Figura 32-Difratogramas de raios X da liga não nitretada e da liga nitretada por plasma

Fonte: Autor

Após comparação do difratograma da liga não nitretada com os difratogramas obtidos após a nitretação (Figura 40), alguns picos das fases α e β desaparecem devido à menor quantidade do substrato (liga Ti-6Al-4V) em função das camadas dos nitretos. Também se observa a alteração dos ângulos dos picos de difração da fase α , devido à dissolução de nitrogênio na formação de uma solução sólida intersticial causando a expansão do reticulado cristalino da fase α (YETIM *et al.*, 2009; YILDIZ *et al.*, 2008).

YETIM *et al.* (2009) e YILDIZ *et al.*, 2008 também observaram que a intensidade dos picos referentes a fase Ti₂N diminuem com o aumento do tempo de nitretação por plasma e quanto maior a temperatura empregada no tratamento. Dependendo da espessura da camada nitretada, estes picos chegam a desaparecer. Isso ocorre devido ao aumento da taxa de difusão de nitrogênio na fase alfa, apresentando uma camada de difusão mais profunda e formando na superfície somente a fase TiN. De uma maneira geral, a principal fase para nitretações realizadas em baixas temperaturas é a Ti₂N e a fase dominante para altas temperaturas é a TiN. (YETIM *et al.*, 2009).

De acordo com os estudos de HOSSEINI, AHMADI, 2011, para a liga Ti-6Al-4V nitretada a temperatura de 700 °C, o pico de difração da fase alfa é bastante intenso, indicando uma camada superficial de baixa espessura. Quando a temperatura de nitretação foi aumentada para 750 °C, o pico de fase alfa diminuiu sua intensidade, entretanto os picos das fases TiN e Ti₂N aumentaram, esse mesmo fenômeno ocorreu com temperaturas de nitretação ainda superiores. Para a temperatura de 850 °C, a intensidade do pico Ti₂N chegou ao valor máximo, e o pico de fase alfa, diminuiu significativamente.

5.3 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados em três corpos de prova não nitretados, encontrando valores de escoamento σ_e , limite de resistência $\sigma_{m\acute{a}x}$ e alongamento, mostrados na Tabela 8. O ensaio de tração foi realizado a fim de determinar os parâmetros para os ensaios de fadiga.

Tabela 8-Resultados, médias e desvio padrão dos ensaios de tração.

CP	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de resistência (MPa)	Alongamento (%)
1	1010,38	1069,18	16,83
2	1016,26	1074,08	17,00
3	1026,06	1085,84	16,10
Média	1017 ± 7	1076 ± 8	16 ± 0,5

Fonte: Autor

Os diagramas tensão x deformação dos três corpos de prova ensaiados foram plotados conforme figura 33.

Figura 33-Gráfico tensão x deformação obtido pelo ensaio de tração.

Os resultados médios obtidos para o limite de escoamento, o limite de resistência e o alongamento foram 1017 ± 7 MPa, 1076 ± 8 MPa e $16,64 \pm 0,5\%$, respectivamente. Resultados bastante semelhantes foram encontrados em outros estudos (FAROKHZADEH; EDRISY, 2015; ALI; RAMAN, 2010), o que significa que a liga ensaiada tinha as mesmas propriedades mecânicas em tração de ligas Ti-6Al-4V estudadas por esses autores.

5.4 Rugosidade

A rugosidade dos corpos de prova nitretados e não nitretados da liga Ti-6Al-4V foi determinada visando um melhor entendimento do seu efeito nos resultados dos ensaios de fadiga.

A média e o desvio padrão dos valores de rugosidade encontrados estão descritos na Tabela 9, e na Tabela 10 estão descritos os resultados utilizados no cálculo da média e do desvio padrão, obtidos através das medições de corpos de prova aleatórios de cada condição.

Tabela 9-Média e desvio padrão das medições de rugosidade da liga Ti-6Al-4V nas condições nitretada e não nitretada.

CP	Ra
Não nitretada	0,38 ± 0,13 µm
Nitretada	0,62 ± 0,12 µm

Fonte: Autor.

Tabela 10-Medições de rugosidade de cinco corpos de prova em cada condição nitretada e não nitretada, com cálculo de média e desvio padrão

Não nitretada (µm)					Nitretada (µm)				
CP 01	CP 02	CP 03	CP 04	CP 05	CP 01	CP 02	CP 02	CP 04	CP 05
0,37	0,51	0,23	0,53	0,35	0,45	0,68	0,58	0,64	0,52
0,37	0,70	0,32	0,25	0,24	0,49	0,65	0,65	0,65	0,53
0,19	0,39	0,17	0,33	0,41	0,54	0,44	0,85	0,61	0,65
0,20	0,63	0,46	0,36	0,44	0,51	0,87	0,62	0,66	0,87
0,24	0,56	0,46	0,29	0,40	0,52	0,45	0,63	0,75	0,65
Média: 0,38 µm					Média: 0,62 µm				
Desvio padrão: 0,13 µm					Desvio padrão: 0,12 µm				

Fonte: Autor

Com base nos valores obtidos pela Tabela 9, a rugosidade do corpo de prova aumentou significativamente após a nitretação por plasma (mais de 50%). A tabela 10 apresenta resultados coerentes entre si, com alto desvio padrão. Este resultado era esperado, devido ao *sputtering* que ocorre durante a nitretação por plasma. De acordo com YILDIZ *et al.*, 2008 o *sputtering* - que é o bombardeamento de íons na superfície da amostra- leva à formação de cones na mesma, o que aumenta a rugosidade. Quanto maior a temperatura e o tempo da nitretação por plasma, maior é o bombardeamento da superfície, sendo assim maior a sua rugosidade.

Aumentos de rugosidade após a nitretação por plasma também foram encontrados por outros autores (CASSAR *et al.*, 2011, ITOGA *et al.*, 2003; RAHMAN, *et al.*, 2007; TOKAJI *et al.*, 1993). De acordo com os estudos de CASSAR *et al.*, 2016, todos os processos que envolvem difusão causam um aumento na rugosidade superficial. Para nitretações realizadas perto da temperatura de transição de α para β , essa rugosidade pode aumentar ainda mais devido a interação do plasma com a superfície da liga que contém a fase β .

A rugosidade, assim como a dureza e a espessura da camada crescem em função do aumento do tempo e da temperatura de tratamento (ALI;

RAMAN,2010; FAROKHZADEH; EDRISY, 2015; HOSSEINI; AHMADI, 2011; MOLINARI *et al.*,1997; YILDIZ *et al.*,2008; ZHECHEVA *et al.*,2008).

5.5 Fadiga

Os resultados obtidos através do ensaio de fadiga dos corpos de prova nitretados e não nitretados estão dispostos no gráfico S-N conforme Figura 34.

Figura 34-Curva tensão por número de ciclos obtida após ensaios de fadiga da liga Ti-6Al-4V nitretada e não nitretada.

Fonte: Autor

Na Figura 34 são apresentadas as curvas S-N mostrando um comportamento típico de materiais com limite de fadiga definido, com aparente assíntota horizontal para ensaios com amplitude de tensão baixa (número de ciclos superiores a 10⁵). Nestas curvas pode ser observado que uma amplitude de tensão relativamente elevada (região de fadiga de baixo ciclo) os corpos de prova nitretados romperam com um número de ciclos definido. Contudo, para ensaios com baixa amplitude de tensão (região de fadiga de alto ciclo) não ocorreu nenhuma falha até a interrupção dos ensaios com 10⁷ ciclos (run-out). Na tabela 11 estão apresentados os resultados equivalentes aos resultados apresentados na curva S-N (Figura 34).

Tabela 11-Tensões aplicadas nos corpos de prova em condição nitretada e não nitretada com seus respectivos número de ciclos.

Condição	Tensão [MPa]	Nº de ciclos para romper	Ruptura do corpo de prova
Não nitretada	610	6.700	Sim
Não nitretada	610	5.500	Sim
Nitretada	610	31.200	Sim
Nitretada	610	35.000	Sim
Não nitretada	508	6.770	Sim
Não nitretada	508	11.100	Sim
Nitretada	508	86.500	Sim
Nitretada	508	28.200	Sim
Nitretada	508	21.300	Sim
Não nitretada	406	68.700	Sim
Não nitretada	406	67.700	Sim
Nitretada	406	90.800	Sim
Nitretada	406	90.100	Sim
Não nitretada	304	80.400	Sim
Não nitretada	304	123.700	Sim
Não nitretada	304	115.300	Sim
Nitretada	304	172.500	Sim
Nitretada	304	233.000	Sim
Não nitretada	284	10.000.000	Não
Não nitretada	263	10.000.000	Não
Não nitretada	203	10.000.000	Não
Nitretada	203	10.000.000	Não
Nitretada	203	10.000.000	Não

Fonte: Autor.

De acordo com os estudos de FAROKHZADEH; EDRISY (2015), os resultados foram semelhantes aos encontrados neste trabalho. Os corpos de prova nitretados na região de fadiga de baixo ciclo (tensões maiores e número de ciclos menores que 10^5) suportaram um número maior de ciclos comparando com os corpos de prova não nitretados. Porém, para os valores de limite de fadiga, os corpos de prova nitretados apresentaram valores inferiores aos corpos de prova não nitretados, sendo esse comportamento também observado por ZUO *et al.* (2008).

Uma possível explicação para uma maior vida em fadiga dos corpos de prova nitretados por plasma nos ensaios em tensões mais elevadas (fadiga de baixo ciclo) pode ter ocorrido devido à tensão residual compressiva formada pelas camadas de nitretos e da zona de difusão, inibindo assim a nucleação da

trinca na superfície da liga, em conformidade com outro trabalho similar (RODRIGUEZ *et al.*,2001).

Conforme discutido por MORITA *et al.*(2016), a formação dessas camadas após a nitretação por plasma aumenta a dureza superficial da liga, o que ocasiona no aumento da resistência à movimentação de discordâncias e como consequência aumenta a resistência a fadiga da liga.

Quando as tensões aplicadas são de menor intensidade, a camada nitretada não tem efeito significativo na melhoria do comportamento em fadiga, ocorrendo o oposto, os corpos de prova não nitretados apresentam uma vida em fadiga superior. Este fato parece estar relacionado com o aumento da rugosidade superficial após a nitretação por plasma, que tem uma atuação mais determinante do que a nitretação na vida em fadiga dos corpos de prova da liga Ti-6Al-4V. Este fato parece explicar a inversão do comportamento em fadiga para tensões mais baixas observado neste trabalho e também notadas por FAROKHZADEH e EDRISY (2015). O efeito prejudicial do aumento da rugosidade superficial no comportamento mecânico da liga Ti-6Al-4V nitretado por plasma já havia sido observado por outros autores (FAROKHZADEH; EDRISY,2015; CASSAR *et al*, 2016 , NOVOVIC *et al*,2004).

Em diversos estudos (TOKAJI *et al*, 1993, ITOGA *et al*, 2003), o aumento da rugosidade implica em uma diminuição da resistência a fadiga, onde a rugosidade pode atuar como um “nó” na superfície do material, ocasionando uma concentração de tensão no mesmo podendo levar a uma trinca prematura. Isso pode também explicar a diminuição das propriedades de fadiga na região de fadiga de alto ciclo, onde a rugosidade pode ter ocasionado uma falha prematura nas amostras.

No estudo de FAROKHZADEH e EDRISY (2015) após o polimento da superfície ensaiada por fadiga, houve uma diminuição da rugosidade, e então no ensaio de fadiga, uma maior quantidade de número de ciclos foi dedicada para a formação das trincas por fadiga, resultando em um aumento na resistência a fadiga, além de um aumento na vida em fadiga.

De acordo com os estudos de ZUO *et al.* (2008), há também uma diferença entre resultados obtidos pelo ensaio de fadiga de ligas de Ti-6Al-4V que apresentam microestrutura equiaxial de ligas que apresentam microestrutura lamelar (Widmanstätten). Para microestruturas lamelares, o

decréscimo da curva S-N na região de fadiga de alto ciclo é mais evidente, e possível de ser identificada. Estudos mostram que para materiais com microestrutura do tipo lamelar o material apresenta uma maior resistência a propagação de trinca do que a microestrutura equiaxial.

5.6 Fractografia

Para a avaliação das superfícies de fraturas, foram escolhidos três corpos de prova em três diferentes carregamentos, a fim de se avaliar se há diferença de superfícies de fratura e também entre as fraturas antes e após o tratamento termoquímico de nitretação por plasma.

Para a observação da superfície de fratura dos corpos de prova ensaiados em fadiga foram escolhidos três carregamentos: 304, 406 e 610 MPa. Para cada carregamento selecionado foram observadas as superfícies de fratura de dois corpos de prova nas condições nitretada e não nitretada. A Figura 35 mostra o aspecto geral das superfícies de fratura dos corpos de prova. Nesta figura verifica-se que os corpos de prova na condição nitretada figuras 35 (b), 35 (d) e 35 (f) apresentam superfícies de fratura bastante diferentes dos corpos de prova na condição não nitretada figuras 35 (a), 35 (c) e 35 (e), observadas em baixo aumento.

Figura 35-Superfícies de fratura dos corpos de prova após ensaio de fadiga. A) Superfície de fratura do corpo de prova na condição não nitretada ensaiado em fadiga em tensão de 304 MPa e 123700 ciclos para romper. B) Superfície de fratura do corpo de prova na condição nitretada ensaiado por fadiga em tensão de 304 MPa e 233000 ciclos para romper. C) Superfície de fratura do corpo de prova na condição não nitretada ensaiado por fadiga em tensão de 406 MPa e 68700 ciclos para romper. D) Superfície de fratura do corpo de prova na condição nitretada ensaiado por fadiga em tensão de 406 MPa e 90800 ciclos para romper. E) Superfície de fratura do corpo de prova na condição não nitretada ensaiado por fadiga em tensão de 610 MPa e 6700 ciclos para romper. F) Superfície de fratura do corpo de prova na condição nitretada ensaiado por fadiga em tensão de 610 MPa e 35000 ciclos para romper.

Fonte: Autor

Nas fractografias referentes aos corpos de prova não nitretados 35 (a), 35 (c) 35 (e) foram observadas fraturas do tipo dúctil, com a superfície com relevo característico de deformação plástica antes da fratura. Para os corpos de prova nitretados 35 (b), 35 (d), 35 (f), as superfícies de fratura mostraram uma extensa região de propagação plana, seguida de uma região relativamente pequena de ruptura final, também observado por outros autores (FAROKHZADEH e EDRISY, 2015; RODRIGUEZ *et al.*,2001).

É importante notar que todas as amostras não nitretadas e nitretadas apresentaram superfícies bastante semelhantes entre si, independente da tensão aplicada no ensaio de fadiga, isso também ocorreu nos estudo de DAVARI *et al.* (2017), onde não houve diferença de superfície de fratura independente do carregamento aplicado no ensaio.

Um aspecto a ser ressaltado nas superfícies de fratura dos corpos de prova nitretados ensaiados em fadiga é o número de pontos de início da trinca. Quando tensões menores são aplicadas Figura 35 (a) um único ponto de início de trinca pode ser observado, enquanto que para amplitudes de tensão elevada Figura 35 (f), ocorre um número maior de pontos de início de trinca caracterizado por marcas de catraca a partir de trincas nucleadas. As marcas de catraca são indicativas de frentes de múltiplas trincas que progridem rapidamente da superfície para o interior do corpo de prova, conduzindo à sua fratura prematura. Estas observações são similares às verificadas por CASSAR *et al.* (2011).

De acordo com FAROKHZADEH e EDRISY, 2015; a morfologia das superfícies de fratura de fadiga de ligas não tratadas apresentaram a mesma do que a liga tratada, onde em uma região da superfície foi iniciada a trinca por fadiga, seguido de uma deformação plástica ao longo do corpo de prova, sem sinais de fratura frágil, contendo estrias e microtrincas laterais perpendiculares a direção de propagação e estrias e dimples na região de ruptura final.

Nas figuras 36 e 37 são apresentadas as superfícies de fraturas do corpo de prova não nitretado ensaiado com tensão de 304 MPa e fraturado com 123700 ciclos. A Figura 36 apresenta uma visão geral da fratura, observada por um microscópio estereoscópico, onde são destacadas algumas regiões principais, que serão apresentados em detalhes nas figuras 37 (a), (b), (c) e (d), analisadas por um microscópio eletrônico de varredura.

Figura 36-Corpo de prova observado por um microscópio estereoscópico na condição não nitretada ensaiado com tensão de 304 MPa e rompido em 123700 ciclos.

Fonte: Autor

Figura 37-Corpo de prova observado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na condição não nitretada com tensão de 304 MPa e rompido em 123700 ciclos.

Fonte: Autor

Na Figura 37 (a) observa-se uma trinca secundária, em uma região central do corpo de prova fraturado. Trincas secundárias são frequentemente encontradas em análises fractográficas de corpos de prova ensaiados por fadiga, conforme autores (FAROKHZADEH e EDRISY, 2015, ZUO *et al.* 2008). Na Figura 37 (b) observa-se uma região plana de origem de trinca. Também pode ser notado subtrincas perpendiculares à superfície de fratura, conforme também observado por outros autores (FAROKHZADEH e EDRISY, 2015, ZUO *et al.* 2008). Características da microestrutura lamelar da microestrutura composta pelas fases alfa e beta são notadas na Figura 37 (c). Observa-se a presença de facetas planas que tem o mesmo tamanho e morfologia de lamelas ou de colônia de lamelas, típicas da microestrutura lamelar (Widmanstätten), também observada em outros trabalhos (FAROKHZADEH e EDRISY, 2015).

Na Figura 37 (d) está em destaque uma região de estrias de propagação de trinca, que estão em diferentes direções de propagação. As estrias de

propagação indicam que houve uma deformação plástica antes da ruptura do corpo de prova, o que já era esperado devido ao corpo de prova não ser nitretado.

A Figura 38 apresenta uma visão geral da fratura ensaiada por fadiga com 304 MPa e rompida com 233000 ciclos, observada por um microscópio estereoscópico, onde são destacadas algumas regiões principais, que serão apresentados em detalhes nas figuras 39 (a) e (b) analisadas por um microscópio eletrônico de varredura.

Figura 38-Corpo de prova observado por um microscópio estereoscópico na condição nitretada ensaiado com tensão de 304 MPa e rompido em 233000 ciclos.

Fonte: Autor

Figura 39-Corpo de prova observado por microscópio estereoscópico. na condição nitretada ensaiado com tensão de 304 MPa e rompido em 233000 ciclos. Em destaque região A

A)

B)

Fonte: Autor

Na Figura 39 (a), observa-se uma região indicando uma possível marca de praia, indicando a região de origem da trinca, esta imagem foi obtida pelo estereoscópio. Marcas de praia na superfície de fratura também foram encontradas por outros (CASSAR *et al.*, 2011.; FAROKHZADEH e EDRISY, 2015).

Na Figura 39 (b) é mostrada uma região de detalhe da camada nitretada fraturada, todos os corpos de prova nitretados apresentaram o mesmo aspecto, é impossível observar a camada de nitreto, somente a camada de difusão,

notando sua irregularidade. Observa-se uma estria, que foram também observadas por FAROKHZADEH e EDRISY, 2015. De acordo com FAROKHZADEH e EDRISY, 2015, A camada nitretada também apresentou sinais de deformação plástica, mas sem haver nenhuma fragmentação nem de sinais de alguma fratura frágil.

As estrias observadas na camada de difusão nas vizinhanças da origem da trinca indicam que a formação das trincas na superfície pode ter ocorrido pelo mecanismo de intrusões e extrusões e deformações plásticas na região abaixo da zona de difusão, indicando que os corpos de prova não nitretados tiveram a mesma maneira de formação e propagação de trinca do que os corpos de prova nitretados.

A Figura 40 apresenta uma visão geral da fratura ensaiada por fadiga com 406 MPa e rompida com 68700 ciclos na condição não nitretada, observada por um microscópio estereoscópico, onde são destacadas algumas regiões principais, que serão apresentados em detalhes nas figuras 41 (a) e (b) analisadas por um microscópio eletrônico de varredura.

Figura 40-Corpo de prova observado por um microscópio estereoscópico na condição não nitretada ensaiado com tensão de 406 MPa e rompido em 68700 ciclos.

Fonte: Autor

Figura 41-Corpo de prova observado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na condição não nitretada ensaiado com tensão de 406 MPa e rompido em 68700 ciclos. Em destaque região A.

Fonte: Autor.

Na Figura 41 (a) é possível observar trincas secundárias, conforme também observado no corpo de prova nitretado ensaiado a 304 MPa, sendo estas trincas secundárias frequentes em superfícies de fratura de fadiga. Juntamente as trincas observam-se também estrias de propagação em diferentes orientações. A Figura 41 (b) também apresenta estrias de propagação. Foi estudado por DAVARI *et al.*(2017), que as estrias nas fraturas são associadas ao estágio de propagação de trincas.

A Figura 42 apresenta uma visão geral da fratura ensaiada por fadiga com 406 MPa e rompida com 90800 ciclos na condição nitretada , observada por um microscópio estereoscópico, onde são destacadas algumas regiões principais, que serão apresentados em detalhes nas figuras 43 (a), (b) e (c), analisadas por um microscópio eletrônico de varredura.

Figura 42--Corpo de prova na condição nitretada ensaiado com tensão de 406 MPa e rompido em 90800 ciclos.

Fonte: Autor.

Figura 43-Corpo de prova observado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na condição nitretada ensaiado com tensão de 406 MPa e rompido em 90800 ciclos.

Fonte: Autor

Na Figura 43 (a) é possível observar camadas das lamelas fraturadas decorrentes de subtrincas nas interfaces α/β . ZUO *et al.* (2008) também observou que as subtrincas ocorrem mais frequentemente nas interfaces α/β . Conforme estudado por ZUO *et al.* (2008) em materiais com duas fases em sua microestrutura (α e β), a região da nucleação da trinca depende não somente dos fatores microestruturais mas também da resposta de cada fase para as aplicações de tensão na liga durante o ensaio. Quando uma tensão é aplicada na liga, a resposta a essa tensão difere nas fases devido à fase β possuir maior ductilidade do que a fase α , sendo assim o escorregamento de discordâncias ocorre primeiramente na fase β . O escorregamento de discordâncias continua até que as mesmas encontrem a interface de fases α/β . Nesta interface o escorregamento se encerra, fazendo com que a tensão concentrada neste ponto seja acumulada. Como a fase α é a menos dúctil e está com maior

tensão concentrada, ocorre a nucleação de trincas. Como consequência, grandes interfaces α/β se tornam locais onde as trincas nucleiam.

Na Figura 43 (b) são apresentadas fractografias da região final de fratura, onde nota-se a presença de uma superfície totalmente composta por microcavidades (dimples), característica da região final de ruptura por sobrecarga mecânica. A figura 43 (c) é um detalhe da figura 43 (b) onde se observa em detalhe o tamanho e a morfologia das microcavidades (dimples). As microcavidades (dimples) apresentam tamanho heterogêneo com predominância de microcavidades grandes e rasas, típicas de cisalhamento (shear dimples). Em toda a região final de ruptura não foram observadas microcavidades de formato oval, típicas de rasgamento (tear dimples).

A Figura 44 apresenta uma visão geral da fratura ensaiada por fadiga com 610 MPa e rompida com 6700 ciclos na condição nitretada, observada por um microscópio estereoscópico, onde são destacadas algumas regiões principais, que serão apresentados em detalhes nas figuras 45 (a), 45 (b), analisadas por um microscópio eletrônico de varredura.

Figura 44-Corpo de prova na condição não nitretada ensaiado com tensão de 610 MPa e rompido em 6700 ciclos.

Fonte: Autor

Figura 45-Corpo de prova observado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na condição não nitretada ensaiado com tensão de 610 MPa e rompido em 6700 ciclos.

Fonte: Autor

Na Figura 45 (a) é possível observar regiões de estrias, referentes ao estágio 2 de propagação da trinca, indicando que houve uma deformação plástica no corpo de prova, conforme também encontrado por outros autores (ASM INTERNATIONAL, 1987; FAROKHZADEH e EDRISY, 2015, ZUO *et al.* 2008).

Na Figura 45 (b) observa-se a ocorrência de fratura nas interfaces de lamelas, também observada por outros autores (FAROKHZADEH e EDRISY, 2015, ZUO *et al.* 2008). Na figura 45 (a) é mostrada uma região próxima ao início da trinca na superfície de fratura do corpo de prova nitretado ensaiado em fadiga com tensão de 610 MPa e 35000 ciclos para romper. As observações foram similares às dos corpos de prova nitretados ensaiados em fadiga com outros ciclos de tensão. Nesta região pode ser claramente notadas facetas planas e características da microestrutura com o mesmo tamanho e morfologia de uma lamela ou uma colônia de lamelas, como já observado nos corpos de prova não nitretados fraturados.

Como observado em outros trabalhos (LINDEMANN *et al.* 2006 ; ZUO *et al.* 2008), a iniciação e propagação de trincas por fadiga em materiais lamelares são determinadas pela anisotropia plástica das colônias e a fratura por clivagem. Processos de cisalhamento paralelos às interfaces lamelares são relativamente mais fáceis do que através da lamela. Portanto, a fácil propagação de trincas paralelamente às interfaces lamelares resulta nas facetas na superfície da fratura.

6 CONCLUSÃO

O tratamento termoquímico de nitretação por plasma resultou na formação de duas novas fases, δ -TiN de estrutura cúbica de face centrada e ϵ -Ti₂N de estrutura tetragonal. As duas fases estão presentes na superfície da liga e em seguida encontra-se uma região com o nitrogênio difundido na liga (camada de difusão), mais profundamente está o substrato da liga Ti-6Al-4V com microestrutura do tipo Widmanstätten.

Houve um aumento significativo da rugosidade superficial da liga após a nitretação por plasma, devido ao processo de *sputtering*.

A espessura da camada nitretada (nitretos mais camada de difusão) encontrada na liga por microscopia óptica foi de aproximadamente 10 μm .

A camada de nitretos e a camada de difusão medida por microscopia eletrônica de varredura têm espessuras de $3,7 \pm 1,4 \mu\text{m}$ e de $10,3 \pm 2,5 \mu\text{m}$, respectivamente.

Os valores médios de limite de escoamento e de resistência obtidos nos ensaios de tração da liga Ti-6Al-4V foram de $1017 \pm 8 \text{ MPa}$ e de $1076 \pm 8 \text{ MPa}$, respectivamente. A partir desses valores serão definidos os ciclos de tensão reversa para os ensaios de fadiga flexo-rotativa.

A nitretação por plasma resultou em uma melhora nas propriedades de fadiga de baixo ciclo, aumentando a vida útil dos corpos de prova. Nos corpos de prova não nitretados ensaiados em fadiga observa-se uma superfície de fratura com relevo característico de deformação plástica antes da fratura. As superfícies de fratura dos corpos de prova nitretados mostraram uma extensa região de propagação plana, seguida de uma região relativamente pequena de ruptura final.

Em várias regiões das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados em fadiga são claramente notadas características da microestrutura lamelar. O mecanismo de fratura parece ocorrer por meio de trincamento nas interfaces da microestrutura lamelar das fases α e β .

A superfície de fratura das bordas dos corpos de prova nitretados ensaiados em fadiga mostraram uma camada de difusão com espessura heterogênea e presença de estrias ao longo de toda a camada. A região final

de fratura apresentou características de ruptura por sobrecarga mecânica com presença predominante de microcavidades de cisalhamento (shear dimples).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

- ALI, M.M.; RAMAN, S.G.S. Effect of Plasma Nitriding Environment and Time on Plain Fatigue and Fretting Fatigue Behavior of Ti-6Al-4V. **Tribol Lett.** v.28, p. 291-299, 2010.
- ALMEIDA, G.F.C.; COUTO, A.A.; REIS, D.A.P.; MASSI, M.; SILVA, A. S.; LIMA, N.B. Effect of Plasma Nitriding on the Creep and Tensile Properties of the Ti-6Al-4V Alloy. *Metals*, v.8, Issue 8, p. 618, 2018.
- AROLA, D; BAJAJ, D.; IVANCI, J. MAJD, H; ZHANG, D. Fatigue of biomaterials: Hard Tissues. **International Journal of Fatigue**.v.32, p.1400-1412,2009.
- ASM INTERNATIONAL. **Asm handbook vol. 12 – Fractography**, [s.l.] ASM International, 1987.
- ASTM E8 / E8M-16a, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016.
- ASTM F136-13, Standard Specification for Wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications (UNS R56401), ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013.
- BABU. B. Pshysically based model for plasticity and creep pf Ti-6Al-4V. 2008. Tese (Licentiate Thesis)- Division of Materials Mechanics, Department of Applied Physics and Mechanical Engineering, Lulea University of Technology, 2008.
- BAPTISTA, R.; MORILLA, J.C. Publicação eletrônica em Unisanta Science and Technology V. 2 n°1, Santos, Jul.2013. Disponível em: <<http://periodicos.unisanta.br/index.php/sat>> Acesso 16.Jan.2017
- BORCZ,C. Estudo do processo de nitretação por plasma de Nióbio. 2010
- BORGES,A.A.C. Efeito do jateamento com granalhas de aço na tensão residual e no comportamento mecânico da liga de alumínio 6082.2017.Tese(Doutorado)- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
- BONFITTO,G.B.B. Estudo do comportamento mecânico da liga Al-Mg-Si 6005 A solubilizada e envelhecida.2016. Dissertação (Mestrado)- Universidade Presbiteriana Mackenzie , São Paulo.
- BOYER, R.; COLLINGS, E. W.; WELSCH, G. **Materials properties handbook: titanium alloys**. [s.l.] ASM International, 1993.
- BRAGA, N.N.; FERREIRA, N.G.; CAIRO, C.A.A. Obtenção de titânio metálico com porosidade controlada por metalurgia do pó. **Química Nova**, São Paulo, v.30, n.2, 2007.
- CALLISTER, W.D. **Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais**. Rio de Janeiro: LTC, 2006.P. 235.
- CASSAR G., WILSON J.C.A.-B., BANFIELD S., HOUSDEN J., FENECH M., MATTHEWS A., LEYLAND A., Surface modification of Ti–6Al–4V alloys using triode plasma oxidation treatments. **Int.J.Fatigue**, 33(2011)1313–1323.

- CASTRO, M.G. de. Avaliação da resistência mecânica de Liga Ti-6Al-4V soldada com processos laser e plasma de uso odontológico. 2012. Dissertação (Mestrado).- Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.
- CLAROS, C.A.E.; OLIVEIRA, D.P.; CAMPANELLI, L.C.; SILVA, P.S.C.P. da; BOLFARINI, C. Fatigue Behaviour of Ti-6Al-4V alloy in saline solution with the surface modified at a micro- and nanoscale by chemical treatment. *Materials Science and Engineering C*. v. 67, p. 425-432, 2016.
- CORDEIRO, R.C. Nitretação lônica por plasma pulsado de aços inoxidáveis duplex. 2010 Dissertação (Mestrado)- Instituto Alberto Luiz Coimbra de pós graduação e pesquisa de engenharia, Rio de Janeiro.
- CRUPI, V.; EPASTO, G.; GUGLIELMINO, E.; SQUILLACE, A. Influence of microstructure [alfa+beta and beta] on very high cycle fatigue behaviour of Ti-6Al-4V alloy. *International Journal of fatigue*. V. 95, p. 64-75, 2017
- DA ROSA, EDISON. Análise de resistência mecânica: Mecânica da fratura e fadiga, 2002.
- DAUDT, N.F. de. Influência dos parâmetros de processo na deposição de nitreto de titânio por plasma em gaiola catódica. Dissertação (Mestrado)- Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2012.
- DAVARI, N.; ROSTAMI, A.; ABBASI, S.M. Effects of annealing temperature and quenching medium on microstructure, mechanical properties as well as fatigue behavior of Ti-6Al-4V alloy. **Materials Science & Engineering A**, v. 683, p. 1-8, 2017.
- DIETER, G.G. **Metalurgia Mecânica**. 2ªed. Traduzido por Souza, A.S.; et al. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1981.
- DONATO, GUSTAVO HENRIQUE BOLOGNESI. Apostila Propagação de trincas por fadiga CENTRO UINIVERSITÁRIO FEI. Disponível em: http://fei.edu.br/~rodrimagn/PROJETOS_IC/re104/GHBD04_2a.pdf. Acesso em: 02 NOVEMBRO 2016.
- EROLA, M. Nitrogen migration and nitride formation during low temperature reactive annealing of titanium. **Thin Solid Films**. v.156, n.1, p. 117-125, 1988.
- FANCHIN, F.; RODRIGUEZ, J.A.; CASTELETTI, L.C. Nitretação por plasma pulsado de aço tipo SAE 1011: Caracterização da camada nitretada. **Revista brasileira de aplicações de vácuo**. V. 19, 2000.
- FARÈ, S.; LECIS, N.; VEDANI, M.; SILIPIGNI, A.; FAVOINO, P. Properties of nitrided layers formed during plasma nitriding of commercially pure Ti and Ti-6Al-4V alloy. **Surface & Coatings Technology**. V. 206, p. 2287-2292, 2011.
- FAROKHZADEH, K.; EDRISY, A. Fatigue improvement in low temperature plasma nitride Ti-6Al-4V alloy. **Materials Science & Engineering A**. v.620, p. 435-444, 2015.
- FERNANDES, A.C.; VAZ, F.; ARIZA, E.; ROCHA, L.A.; RIBEIRO, A.R.L.; VIEIRA, A.C.; RIVIÈRE, J.P.; PICHON, L. Tribocorrosion behaviour of plasma nitrided and plasma nitrided+oxidised Ti6Al4V alloy. **Surface & Coatings Technology**. v.200, p. 6218-6224, 2006.

FLOWER, H.M. Microstructural development in relation to hot working of titanium alloys. **Materials Science and Technology**, v.6, n. 11, p. 1082-1092, 1990.

GARCIA, A.; SPIM, J.A.; SANTOS, C.A.dos. **Ensaaios dos Materiais**. Rio de Janeiro. Editora Livros Técnicos e Científicos Editora S.A, 2000.

GRILL, A.; RAVEH, A.; AVNI, R. Layer structure and mechanical properties of low pressure R.F. plasma nitrided Ti-6Al-4V alloy. **Surface and Coating Technology**. V.43-33, p. 745-755, 1990.

GROSS, T.S.; LAMPMAN, S. Micromechanisms of Monotonic and Cyclic Crack Growth. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS INTERNATIONAL. **ASM Handbook**. Materials Park, OH: ASM, 1996. V. 19, 42-60.

HOSSEINI, S.R.; AHMADI, A. Evaluation of the effects of plasma nitriding and time on the characterization of Ti 6Al 4V alloy. **Vacuum**. V. 87, p. 30-39, 2011

ITOGA, H.; TOKAJI, K.; NAKAJIMA, M.; KO, H.N. Effect of surface roughness on step-wise S-N characteristics in high strength steel. *International Journal of Fatigue*. V.25, P.379-385, 2003.

JOSHI, V. A. **Titanium alloys: an atlas of structures and fracture features**. [s.l.] CRC Press, 2006.

ALVES, C.A. **Nitretação a plasma: Fundamentos e aplicações**. Natal: EDUFRN, 2001.

LEYENS, C.; PETERS, M. Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications. **Weinheim: WILEY-VCH**, p. 499, 2003.

LINDEMANN J., BUQUE C., APPEL, F. Effect of shot peening on fatigue performance of a lamellar titanium aluminide alloy. **Acta Materialia**, 54 (2006) 1155–1164.

MACÊDO, H.R.A. de Tratamento térmico do titânio e suas consequências sobre as propriedades físico-químicas e de biocompatibilidade. 2012. Dissertação (Doutorado) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.

MANFRINATO, M.D. Influência da Nitretação a plasma no comportamento em fadiga dos aços inoxidáveis austeníticos AISI304 e 316. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo, São Carlos, São Paulo, 2006.

MARGOLIN, H. Titanium Alloys Fatigue and Fracture. **Fatigue Data Book: Light Structural Alloys**. 1ªed. USA: ASM International, v. A279 207-216, 1995.

MORCELLI, A.E. Estudo dos micromecanismos de deformação e fratura da liga de titânio Ti-6Al-4V utilizando-se técnicas de microscopia eletrônica e difração de raios X. 2009. Dissertação (Doutorado) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.

MORITA, T.; TANAKA, S.; NINOMIYA, S. Improvement in fatigue strength of notched Ti-6Al-4V alloy by short-time heat treatment. **Materials Science and Engineering: A**, 669, p. 127-133, 2016.

NASSER, E. Fundamentals of gaseous ionization and plasma electronics. John Wiley & Sons, INC, 1971

NOVOVIC D., DEWES R.C., ASPINWALL D.K., VOICE W., BOWEN P., The effect of machined topography and integrity on fatigue life. **Int.J.Mach.Tools Manuf.**, 44(2004)125–134.

OBERWINKLER, B.; LETTNER, A.; EICHLSEDER, W. Multiscale fatigue crack observations on Ti-6Al-4V. **International Journal of Fatigue**. v.33, p. 710-718, 2011.

OLIVEIRA, V.M.C.A. de. Estudo do fenômeno da fluência na liga Ti-6Al-4V submetida a tratamentos de nitretação e carbonetação por plasma. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, 2010.

PERAUD, S.; VILLECHAISE, P.; MENDEZ, J.; DELAFOND, J. Influence of thin coatings deposited by a dynamic ion mixing technique on the fatigue life of TITANIUM ALLOYS. **Journal of Materials Science**. V. 34, p. 1003-1008, 1999.

PEREIRA, S.A.Lima de. Estudo da influência da deformação plástica na cinética de nitretação em aços inoxidáveis AISI 304 e 316. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo. 2012

POTOMATI, F.; GIORDANI, E.J.; DUARTE, L.T.; ALCÂNTARA, N.G.; BOLFANI, C. Fatigue Behavior and Physical Characterization of Surface-modified Ti-6Al-4V ELI Alloy by Micro-Arc Oxidation. **Materials Research**. v.15, p.305-311, 2012.

RAHMAN, M.; REID, I.; DUGGAN, P.; DOWLING, D.P.; HUGHES, G.; HASHMI, M.S.J. Structural and tribological properties of the plasma nitrided Ti-alloy biomaterials: Influence of the treatment temperature. **Surface & Coatings Technology**. V.201, p.4865-4872, 2007.

RAJASEKARAN, B.; RAMAN, S.G.S. Plain fatigue and fretting fatigue behavior of plasma nitrided Ti-6Al-4V. **Material Letters**, v.62, p. 2473-2475, 2008.

RODRIGUEZ, D.; MANERO, J.M.; GIL, F.J.; PLANELL, J.A. Low cycle fatigue behavior of Ti6Al4V thermochemically nitrided for its use in hip prostheses. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**. v. 12, p.935-937, 2001.

SANDER, B., RAABE, D., Texture inhomogeneity in a Ti-Nb-based β -titanium alloy after warm rolling and recrystallization, **Materials Science and Engineering A**, v. 479, 2009

SANTOS, S.V. dos Comportamento em fadiga e corrosão fadiga da liga Ti6Al4V oxidada termicamente. 2014. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Sergipe, Sergipe.

SHIBATA, H.; TOKAJI, K.; OGAWA, T.; HORI, C. The effect of gas nitriding on fatigue behaviour in titanium alloys. **Fatigue**, v.16, p.370-376, 1993. SHI

SILVA, S.L.R. da, KERBER, L.O.; AMARAL, L.; SANTOS, C.A. dos. X-ray diffraction measurements of plasma- nitrided Ti-6Al-4V. **Surface and Coatings Technology**, v. 116-119, p. 342-346, 1999.

STROHAECKER, TELMO ROBERTO. Apostila de Mecânica da Fratura. Universidade Federal do Rio Grande do Sul., Porto Alegre. [s.d.]

SOUZA, S.A. de Ensaaios mecânicos de materiais metálicos fundamentos teóricos e práticos. São Paulo: Bluncher, 2011. P. 35-45.

SUGAHARA, T.; YOGI, L.M.; OLIVEIRA, G.L.F.de; REIS, D.A.P.; SILVA, M.M.; MOURA NETO, C.; BARBOZA, M.J.R. Influence of Heat Treatment in Creep Resistance of Titanium Alloy. In: 20th International Congress of Mechanical Engineering, Gramado, Rio Grande do Sul, 2009.

TOKAJI, K.; OGAWA, T.; SHIBATA, H. The effect of gas nitriding on fatigue behavior in pure titanium. *Fatigue*, v. 16, p. 331-336, 1993.

VLACK, L.H.V. **Princípios de Ciências dos Materiais**. São Paulo. Edgard Blücher LTDA, 1970. P.157-159

YETIM, A.F.; YILDIZ, F.; VANGOLU, Y.; ALSARAN, A.; CELIK, A. Several plasma diffusion processes for improving wear properties of Ti6Al4V alloy. **Wear**.v.267, p.2179-2185, 2009.

YILDIZ, F.; YETIM, A.F.; ALSARAN, A.; ÇELIK, A.A. Plasma nitriding behavior of Ti6Al4V orthopedic alloy. **Surface & Coatings Technology**. v.202, p. 2471-2476, 2008

ZHECHEVA, A.; SHA, W.; MALINOV, S.; LONG, A. Enhancing the microstructure and properties of titanium alloys through nitriding and other surface engineering methods. **Surface & Coatings Technology**. v.200, p. 2192-2207, 2008

ZIMMER, C.G. Influência da oxidação térmica sobre as propriedades de fadiga da liga Ti-6Al-4V. 2011. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Rio Grande do Sul.

ZUO, J.H.; WANG, Z.G.; HAN, E.H. Effect of microstructure on ultra-high cycle fatigue behavior of Ti-6Al-4V. **Materials Science and Engineering A**, v. 473, p. 147-152, 2008.

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

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