

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

GABRIELA DE SOUZA DOS SANTOS

Efeito da nitretação a laser na resistência à fadiga de alto ciclo do titânio grau 2

Lorena

2021

GABRIELA DE SOUZA DOS SANTOS

Efeito da nitretação a laser na resistência à fadiga de alto ciclo do titânio grau 2

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, na área de concentração de Materiais Convencionais e Avançados.

Orientador: Prof. Dr. Miguel Justino Ribeiro Barboza

Co-orientadora: Profa. Dra. Aline Capella de Oliveira

Versão Original

Lorena

2021

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

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Santos, Gabriela de Souza dos

Efeito da nitretação a laser na resistência à fadiga de alto ciclo do titânio grau 2 / Gabriela de Souza dos Santos; orientador Miguel Justino Ribeiro Barboza - Versão Original. - Lorena, 2021.

111 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na Área de Materiais Convencionais e Avançados) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. 2021

1. Titânio. 2. Fadiga. 3. Nitretação. 4. Laser. 5. Entalhe. I. Título. II. Barboza, Miguel Justino Ribeiro , orient.

AGRADECIMENTOS

Por mais que pareça clichê, meu primeiro agradecimento é a Deus, que me amparou nos momentos difíceis e me manteve de pé diante de tantas adversidades.

Depois de agradecer a Deus, eu gostaria de agradecer a cada pessoa que passou pela minha vida ao longo do desenvolvimento do projeto de mestrado, meus amigos de sala, laboratório, professores e técnicos. Sou muito grata a cada um!

Dito isso, gostaria de dedicar essa dissertação, cada palavra, cada experimento, cada cálculo a duas pessoas que talvez nem saibam exatamente o tamanho da força que me passaram. A minha mãe e minha filha, Louise. Nunca imaginei que ao longo do mestrado entraríamos em uma pandemia e que no meio de tantas vítimas você seria uma delas, mãe. Também nunca imaginei que seria capaz de gerar uma vida durante esse período. Também nunca imaginei que você partiria três meses antes da pequena Louise nascer.

Eu provei o sabor amargo e azedo da perda, assim como o sabor doce e o amor mais genuíno do nascimento. Tudo isso em um intervalo de tempo pequeno demais para ser digerido de maneira saudável, mas eu ainda estou aqui. Ainda estou juntando os pedaços que sobraram e se eu consegui terminar é porque a cada palavra era a sua voz que vinha na minha mente “Tem que terminar, Gabizinha! Vai desistir agora?!”. Mãe, eu quis desistir. Mãe, eu conquistaria todos os títulos do mundo se com eles pudesse te ter de volta. Eu te amo e sempre vou te amar! Prometo sempre incentivar a Louise a ir atrás dos sonhos, como você sempre fez comigo.

Também sou grata aos meus orientadores pela paciência e todo o auxílio fornecido. Professor Doutor Miguel Barboza e sua esposa, Michele, vocês foram excepcionais durante todo o processo!

Peço desculpas por não citar todos os nomes, mas deixo registrada minha gratidão a todos os envolvidos na elaboração deste projeto.

Agradeço a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela bolsa de mestrado concedida a mim.

Insisto, resisto e persisto

Elisabeth de Souza

(In memoriam)

RESUMO

SANTOS, G. S. **Efeito da nitretação a laser na resistência à fadiga de alto ciclo do titânio grau 2**. 2021. 111p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2021

Devido a sua alta resistência específica, boa resistência à corrosão e estabilidade metalúrgica, o titânio e suas ligas são materiais atrativos para inúmeras aplicações de alto desempenho. Em especial, o titânio comercialmente puro (Grau 2) desempenha um papel importante nas indústrias automobilística e aeroespacial. Porém, devido à baixa resistência ao desgaste, apresenta algumas limitações em aplicações estruturais. Soluções e melhorias podem ser realizadas por meio de tratamentos termoquímicos, pois estes são capazes de adequar as propriedades tribológicas e o desempenho mecânico do titânio. O presente trabalho tem como objetivo investigar o efeito da nitretação a laser em corpos de prova lisos e entalhados. Foram analisados dois tipos de entalhes, submetidos a ensaios de fadiga de alto ciclo, através da construção das curvas S x N. A primeira etapa baseou-se em definir os melhores parâmetros para o tratamento de nitretação a laser do titânio grau 2. Os resultados mostraram que, quanto maior a potência do laser, a camada é mais uniforme. No entanto, maior a rugosidade presente na superfície, o que para o fenômeno da fadiga é prejudicial. A segunda etapa do projeto envolveu a nitretação dos corpos de prova destinados aos ensaios de fadiga e a comparação das amostras nas condições nitretadas e não-nitretadas, com e sem entalhes. Com relação aos ensaios de fadiga para as amostras sem tratamento, com e sem os entalhes, a presença da descontinuidade reduziu a vida em fadiga em ambas as condições. A nitretação reduziu a vida em fadiga para todas as condições. A análise de sensibilidade ao entalhe evidenciou que, para as amostras nitretadas, a presença do entalhe não influenciou a vida em fadiga. As análises fractográficas indicaram que as trincas foram nucleadas na superfície, principalmente nas trilhas induzidas pelo laser. O mecanismo de fratura final das amostras lisas e entalhadas foi descrito pela formação e coalescência de microcavidades.

Palavras-chave: Titânio. Fadiga. Nitretação. Laser.

ABSTRACT

SANTOS, G. S. **Effect of laser nitriding on high- cycle fatigue strength of titanium grade 2** 2021. 111p. Dissertation (Master of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2021.

Due to their high specific strength, good corrosion resistance, and metallurgical stability, titanium and its alloys are attractive materials for numerous high-performance applications. In particular, commercially pure titanium (Grade 2) plays an important role in the automotive and aerospace industries. However, because of its low wear resistance, it has some limitations in structural applications. Solutions and improvements can be carried out through thermochemical treatments, that are capable of adapting tribological properties and mechanical performance of titanium. This study aims to investigate the effect of laser nitriding on smooth and notched samples. Two types of notches were analyzed and submitted to high cycle fatigue tests, through the construction of S x N curves. The first step was based on defining the best parameters for the laser nitriding treatment of titanium Grade 2. It was observed that the higher the laser power is, the more uniform the layer is, however, the greater the roughness present on the surface is, which is harmful to the fatigue phenomenon. The second step involved the nitriding process of the samples destined for fatigue tests and the comparison with the samples under nitrided and non-nitrided conditions, with and without notches. Regarding fatigue tests for samples without treatment, with and without notches, the presence of discontinuity reduced fatigue life in both conditions. Nitriding reduced fatigue life for all conditions. The notch sensitivity analysis showed that, for the nitrided samples, the presence of the notch did not influence fatigue life. Fractographic analyzes indicated that the cracks were nucleated on the surface, mainly in laser-induced trails. The final fracture mechanism of the smooth and notched samples was described by the formation and coalescence of microcavities.

Keywords: Titanium. Fatigue. Nitriding. Laser.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- (a) Ilmenita e (b) Rutilo	23
Figura 2- Estruturas cristalinas referentes às fases α e β relacionadas com a temperatura da transformação alotrópica. (a) Estrutura cristalina hexagonal compacta; (b) Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado.....	27
Figura 3 - Diagrama de fase do sistema Ti-N.....	30
Figura 4 - Ilustração esquemática do processo geral de nitretação.	31
Figura 5 - Ilustração esquemática do processo de nitretação a Laser em uma amostra de titânio.	32
Figura 6- Estrias em uma liga de Ti6Al4V submetida a falha por fadiga.....	34
Figura 7 - Mecanismos de formação de intrusão e extrusão.....	35
Figura 8 - (a) Representação esquemática de uma superfície de fratura por fadiga. (b) Superfície de fratura por fadiga em uma amostra de Ti comercialmente puro.	36
Figura 9- Eixo fraturado do trem de pouso da aeronave.....	36
Figura 10- (a) Marcas de praia. (b) Início da trinca.....	37
Figura 11- Diferença nos resultados obtidos por vários métodos de análise dos dados de fadiga.....	42
Figura 12- Corpos de prova confeccionados para os ensaios de fadiga. (a) Amostra sem entalhe; (b) Amostra com entalhe em U; (c) Amostra com entalhe em V.	44
Figura 13- Corpos de prova utilizados para a nitretação a laser.	44
Figura 14- Fluxograma representativo das etapas realizadas para a execução deste projeto.....	45
Figura 15- (a) Laser de CO₂, marca Synrad, modelo Ti100 series. Laboratório ProLaser- Unifesp; (b) Cabeçote de deflexão e o sistema de gás; (c) Sistema de sucção de particulados.	46
Figura 16- Suporte para a nitretação dos corpos-de-prova submetidos ao ensaio de fadiga. (1) Sistema de sucção do gás; (2) Fornecimento de Nitrogênio. (3) Suporte da amostra.	47
Figura 17- Esquema ilustrativo das indentações realizadas nas amostras tratadas e não tratadas.	49
Figura 18- Representação gráfica do parâmetro Ra.	49
Figura 19 - Equipamento utilizado nos ensaios de fadiga por flexão rotativa. Fatigue Dynamics, modelo RBF-200.....	51
Figura 20 - Microestrutura da amostra de titânio grau 2 como recebida, sem tratamento superficial, no microscópio óptico com ampliação de 200x	52
Figura 21 - Microestrutura da amostra de titânio grau 2 como recebida, sem tratamento superficial, no microscópio óptico com ampliação de 500x.	53
Figura 22 - Amostras nitretadas. (a) P100V30;(b) P80V30; (c) P70V30 e (d) P60V30.	54
Figura 23 - Microestrutura da amostra de titânio grau 2 nitretadas a laser. (a) P100V30 com ampliação de 200X; (b) P100V30 com ampliação de 1000X; (c) P80V30 com ampliação de 100X; (d) P80V30 com ampliação de 1000X; (e) P70V30 com ampliação de 1000X; (f) P60V30 com ampliação de 500X.....	54
Figura 24 - Difratoograma de raios-X da amostra de Ti Grau 2, sem nitretação a laser.	57
Figura 25 - Difratoograma de raios-X da amostra P60V30.....	57

Figura 26 - Difratoograma de raios-X da amostra P70V30.....	58
Figura 27 - Difratoograma de raios-X da amostra P80V30.....	58
Figura 28 - Difratoograma de raios-X da amostra P100V30.....	59
Figura 29 - Perfil de dureza das amostras nitretadas.....	61
Figura 30 - Topografia representativa da superfície da amostra sem tratamento, na região central do corpo de prova. Análise em 2D.	63
Figura 31 - Topografia representativa da superfície da amostra sem tratamento, na região central do corpo de prova. Análise em 3D.	63
Figura 32 - Topografia representativa da superfície da amostra P100V30, na região central do corpo de prova. Análise em 2D.	64
Figura 33 - Topografia representativa da superfície da amostra P100V30, na região central do corpo de prova. Análise em 3D.	64
Figura 34 - Topografia representativa da superfície da amostra P80V30, na região central do corpo de prova. Análise em 2D.	65
Figura 35 - Topografia representativa da superfície da amostra P80V30, na região central do corpo de prova. Análise em 3D.	65
Figura 36 - Topografia representativa da superfície da amostra P70V30, na região central do corpo de prova. Análise em 2D.	66
Figura 37 - Topografia representativa da superfície da amostra P70V30, na região central do corpo de prova. Análise em 3D.	66
Figura 38 - Topografia representativa da superfície da amostra P60V30, na região central do corpo de prova. Análise em 2D.	67
Figura 39 - Topografia representativa da superfície da amostra P60V30, na região central do corpo de prova. Análise em 3D.	67
Figura 40 - Corpos- de- prova de fadiga com e sem tratamento superficial. (a) Amostra com entalhe em U; (b) Amostra sem entalhe; (c) Amostra com entalhe em V.	69
Figura 41 - Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste pelo Método da Máxima Verossimilhança das amostras sem entalhe, com e sem tratamento.	72
Figura 42- Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste pelo Método da Máxima Verossimilhança das amostras com entalhe em V, com e sem nitretação.	74
Figura 43 - Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste pelo Método da Máxima Verossimilhança das amostras com entalhe em U, com e sem nitretação	76
Figura 44 - Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste pelo Método da Máxima Verossimilhança de todos os corpos de prova analisados.	77
Figura 45 - Coeficiente de Concentração de tensão em fadiga (Kf) versus número de ciclos. Amostras entalhadas com e sem tratamento.....	80
Figura 46 - Sensibilidade ao entalhe (q) versus número de ciclos. Amostras entalhadas com e sem tratamento.	81
Figura 47 - Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste pelo Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova entalhados e nitretados.	82
Figura 48 – Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, sem tratamento superficial, ensaiados sob 490 MPa (a) e 390 MPa (b). Ampliação de 30x.	83
Figura 49 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, ensaiados sob 490 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 4000x. (b) Região 2. Ampliação de 1000x. (c) Região 3. Ampliação de 300x. (d) Região 3. Ampliação de 500x.....	84

Figura 50 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, ensaiados sob 390 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 200x. (b) Região 2. Ampliação de 1000x. (c) Região 3. Ampliação de 1000x. Região 3. Ampliação de 2000x.....	85
Figura 51 - Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, ensaiados sob 420 MPa (a) e 177 MPa (b). Ampliação de 40x e 30x, respectivamente.	86
Figura 52 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, ensaiados sob 420 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 50x. (b) Região 2. Ampliação de 1000x. (c) Região 3. Ampliação de 500x. (d) Região 3. Ampliação de 3000x.....	87
Figura 53 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, ensaiados sob 177 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 50x. (b) Região 3. Ampliação de 2000x. (c) Região 2. Ampliação de 500x. (d) Região 2. Ampliação de 1000x.....	88
Figura 54 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo U, ensaiados sob 177 MPa. (a) Ampliação de 50x. (b) Região 1. Ampliação de 500x. (c) Região 2. Ampliação de 1000x. (d) Região 3. Ampliação de 500x	89
Figura 55 - Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo U, ensaiados sob 175 MPa (a) e 53 MPa (b). Ampliações de 50x.....	90
Figura 56- Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo U, ensaiados sob 175 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 150x. (b) Região 1. Ampliação de 500x. (c) Região 2. Ampliação de 1000x. (d) Região 3. Ampliação de 500x.....	91
Figura 57- Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo U, ensaiados sob 53 MPa. (a) Região 1 Ampliação de 150x. (b) Região 3. Ampliação de 2000x. (c) Região 2. Ampliação de 1000x.....	92
Figura 58 - Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 215 MPa (a) e 170 MPa (b). Ampliação de 30x.	93
Figura 59 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 215 MPa. (a) Região 1 Ampliação de 3000x. (b) Região 2. Ampliação de 2500x. (c) Região 2. Ampliação de 2500x. (d) Região 3. Ampliação de 1200x.....	94
Figura 60 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 170 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 800x. (b) Região 2. Ampliação de 2500x. (c) Região 3. Ampliação de 200x.....	95
Figura 61- Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 180 MPa (a) e 53 MPa (b). Ampliações de 50x.....	96
Figura 62- Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 180 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 120x. (b) Região 1. Ampliação de 500x. (c) Região 2. Ampliação de 3000x. (d) Região 3. Ampliação de 500x.....	97
Figura 63- Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 53 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 150x. (b) Região 1. Ampliação de 500x. (c) Região 2. Ampliação de 2000x. (d) Região 3. Ampliação de 500x.....	98

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tabela comparativa das principais características do titânio, ferro e alumínio.....	26
Tabela 2- Classificação do Titânio comercialmente puro.	28
Tabela 3- Kt para corpos de prova submetidos a flexão com entalhe em V.....	38
Tabela 4- Kt para corpos de prova submetidos a flexão com entalhe em U.....	39
Tabela 5 - Composição química do Ti Grau 2, fornecido pela empresa Realum Indústria e Comércio de Metais Puros e Ligas Ltda, de acordo com a norma ASTM B348 –Grau 2.....	43
Tabela 6 - Condições de processamento com laser de CO ₂	46
Tabela 7 - Rugosidade média das amostras com e sem tratamento.	62
Tabela 8 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga dos corpos-de-prova sem entalhe, com e sem nitretação.	70
Tabela 9 – Resultados dos cálculos de A'1 e A'2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova sem entalhe com e sem tratamento superficial.	71
Tabela 10 – Equações obtidas com o cálculo das constantes A'1 e A'2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova sem entalhe com e sem tratamento superficial.....	71
Tabela 11 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga dos corpos-de-prova com entalhe tipo V, com e sem nitretação.....	73
Tabela 12 - Resultados dos cálculos de A'1 e A'2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova com entalhe em V, com e sem tratamento superficial.....	73
Tabela 13 - Equações obtidas com o cálculo das constantes A'1 e A'2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova com entalhe em V, com e sem tratamento superficial.....	73
Tabela 14 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga dos corpos-de-prova com entalhe tipo U, com e sem nitretação.....	75
Tabela 15 - Resultados dos cálculos de A'1 e A'2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova com entalhe em U, com e sem tratamento superficial.....	75
Tabela 16 - Equações obtidas com o cálculo das constantes A'1 e A'2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova com entalhe em U, com e sem tratamento superficial.....	75
Tabela 17 - Valores da variância e do desvio padrão dos resultados dos ensaios de fadiga por flexão rotativa	78
Tabela 18 - Dados de fator de concentração (Kf) e sensibilidade ao entalhe (q) das amostras de Titânio grau 2 entalhadas com e sem tratamento superficial.....	79

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	OBJETIVOS	22
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	23
3.1	TITÂNIO.....	23
3.1.1	HISTÓRICO.....	23
3.1.2	PRODUÇÃO.....	24
3.1.3	PROPRIEDADES.....	25
3.2	TRATAMENTOS TERMOQUÍMICOS.....	29
3.2.1	NITRETAÇÃO	30
3.2.1.1	NITRETAÇÃO A LASER.....	31
3.3	ASPECTOS GERAIS DO FENÔMENO DA FADIGA.....	33
3.4	SENSIBILIDADE AO ENTALHE	37
3.5	TRATAMENTO MATEMÁTICO PARA ANÁLISE DOS DADOS DE FADIGA	40
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	43
4.1	MATERIAIS.....	43
4.2	MÉTODOS.....	44
4.2.1	DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS DO LASER PARA A NITRETAÇÃO	45
4.2.2	CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA	47
4.2.3	CARACTERIZAÇÃO POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X	48
4.2.4	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS	48
4.2.5	ANÁLISE DE RUGOSIDADE.....	49
4.2.6	AQUISIÇÃO DAS IMAGENS.....	50
4.2.7	ENSAIOS DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA.....	50
4.2.8	ANÁLISE DOS DADOS DE FADIGA.....	51
4.2.9	ESTUDO DA SENSIBILIDADE AO ENTALHE	51
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	52
5.1	CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA	52
5.1.1	AMOSTRA SEM TRATAMENTO (PADRÃO)	52
5.1.2	AMOSTRAS NITRETADAS A LASER	53
5.2	CARACTERIZAÇÃO POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X	56
5.3	DUREZA DA SUPERFÍCIE NITRETADA	60
5.4	RUGOSIDADE MÉDIA (RA).....	62
5.5	DEFINIÇÃO DA CONDIÇÃO DE NITRETAÇÃO ADOTADA.....	69
5.6	ANÁLISE DOS RESULTADOS DE FADIGA DOS CORPOS DE PROVA COM E SEM NITRETAÇÃO	70

5.7 SENSIBILIDADE AO ENTALHE	78
5.8 SUPERFÍCIE DE FRATURA	82
5.8.1 ANÁLISES FRACTOGRÁFICAS DE FRATURA DOS CORPOS DE PROVA SEM ENTALHE DOS ENSAIOS DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA ($\Sigma_{MÁX} = 490$ MPA E $\Sigma_{MÁX} = 390$ MPA)	82
5.8.2 ANÁLISES FRACTOGRÁFICAS DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DOS CORPOS DE PROVA SEM ENTALHE, NITRETADOS, DOS ENSAIOS DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA ($\Sigma_{MÁX} = 420$ MPA E $\Sigma_{MÁX} = 177$ MPA).....	85
5.8.3 ANÁLISES FRACTOGRÁFICAS DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DO CORPO DE PROVA COM ENTALHE TIPO U, DOS ENSAIOS DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA ($\Sigma_{MÁX} = 245$ MPA)	88
5.8.4 ANÁLISES FRACTOGRÁFICAS DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DOS CORPOS DE PROVA COM ENTALHE TIPO U, NITRETADOS, DOS ENSAIOS DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA ($\Sigma_{MÁX} = 175$ MPA E $\Sigma_{MÁX} = 53$ MPA)	89
5.8.5 ANÁLISES FRACTOGRÁFICAS DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DOS CORPOS DE PROVA COM ENTALHE DO TIPO V, DOS ENSAIOS DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA ($\Sigma_{MÁX} = 215$ MPA E $\Sigma_{MÁX} = 170$ MPA).....	92
5.8.6 ANÁLISES FRACTOGRÁFICAS DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DOS CORPOS DE PROVA COM ENTALHE TIPO V, NITRETADOS, DOS ENSAIOS DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA ($\Sigma_{MÁX} = 180$ MPA E $\Sigma_{MÁX} = 53$ MPA)	95
6 CONCLUSÕES	99
REFERÊNCIAS	101

1 INTRODUÇÃO

Titânio e suas ligas, ao longo dos últimos 40 anos, provaram ser materiais adequados para aplicações de alto desempenho com espaço nos setores automobilístico, aeroespacial e biomédico. O conjunto de propriedades mecânicas adequadas, como sua alta resistência específica, alta resistência à fratura associada a sua baixa densidade, resistência à corrosão e biocompatibilidade, o destacam frente a outros materiais da categoria leve, como alumínio e até mesmo alguns aços (LI *et al.*, 2018; ROMERO *et al.*, 2018).

Entretanto, por apresentar propriedades tribológicas inferiores, sua aplicação em componentes que demandam uma boa resistência à abrasão, ao desgaste e resistência à fadiga, deve ser avaliada com cautela. Além disso, sua elevada reatividade química com elementos como oxigênio, hidrogênio e nitrogênio, delimita seu uso para aplicações em elevadas temperaturas, sendo este um agente facilitador para esse tipo de interação desfavorável (OLIVEIRA *et al.*, 2016). Uma maneira viável de contornar essas características é através da aplicação de tratamentos superficiais.

No âmbito de tratamentos superficiais para o titânio e suas ligas diversas rotas foram desenvolvidas no intuito de produzir uma camada cerâmica, capaz de melhorar suas propriedades tribológicas. Assim, a nitretação apresenta-se como uma opção promissora. Nesse processo, o nitrogênio é dissolvido na matriz do titânio de maneira a formar na superfície uma camada composta por nitretos (TiN e Ti₂N) e nitrogênio em solução sólida. A presença dessa camada aumenta de forma significativa a dureza do material, além de promover uma boa resistência ao desgaste (KAMAT *et al.*, 2016).

Diferentes vias podem ser utilizadas a fim de promover a formação da camada de nitretos, dentre elas a nitretação a laser destaca-se por demandar menor tempo de processamento do material, quando comparada a outros processos como a nitretação a gás, por exemplo. O processamento a laser permite o maior controle de energia aplicada, gera menores zonas termicamente afetadas pelo calor no material e traz a possibilidade de tratamento de superfícies de diversos componentes em variadas dimensões, tudo isso aliado a alta velocidade de processo. Nesse aspecto, cada vez mais pesquisas nesse campo de estudo são desenvolvidas a fim de identificar os parâmetros de processo mais eficientes, capazes de fornecer uma

melhoria nas propriedades de superfície de peças de titânio e suas ligas (DAI; HOU, 2009; KAMAT *et al.*, 2019).

Pelo seu conjunto de propriedades, diversos componentes de titânio são utilizados em funções submetidas a oscilações de cargas, que podem promover falhas por fadiga. Por exemplo, em componentes utilizados no trem de pouso de aeronaves, pinos pertencentes ao conjunto de hélices de um helicóptero, entre outros (SHAMSAEI *et al.*, 2010). Com isso, ao adequar as propriedades superficiais do titânio, sua resistência à fadiga é beneficiada, uma vez que esse tipo de falha tende a ser iniciada na superfície das peças. Logo, a presença de fissuras ou até mesmo inclusões, assumem o papel de concentradores de tensão o que acarreta a nucleação de trincas. Este fenômeno é conhecido há mais de 100 anos e tem como característica principal promover a falha do material em tensões reduzidas quando comparadas a resistência à tração da peça, sendo o motivo de aproximadamente 50% das falhas mecânicas em serviço (ROMERO *et al.*, 2018; WEISS; LAVI, 2016).

No que diz respeito ao comportamento em fadiga do titânio tratado superficialmente, o trabalho realizado por Tokaji *et al.* (1994), os autores avaliaram o efeito da nitretação a gás no titânio comercialmente puro e observaram um aumento na resistência à fadiga dos corpos de prova, sendo este um dos trabalhos pioneiros nesse campo. Assim como, estudos realizados por Farokhzaeh (2015), Oliveira (2018) e Perina (2015), tanto para amostras de titânio puro e também para a liga Ti-6Al-4V, ilustram que tanto o aumento como a redução da resistência à fadiga a temperatura ambiente está diretamente relacionada com a técnica aplicada, a temperatura de trabalho, tempo do processo e da mistura gasosa utilizada durante o tratamento de nitretação. Nesse sentido, novos estudos capazes de correlacionar os diferentes parâmetros a respeito da nitretação e seu efeito sobre a fadiga de alto ciclo despertam interesse do setor industrial (TOKAJI, 1994; FAROKHAZAEH, 2015; OLIVEIRA, 2018; PERINA, 2015).

Outro aspecto a ser considerado é o efeito de diferentes geometrias de entalhes para o titânio comercialmente puro com e sem tratamentos superficiais. Gallo *et al.* (2015) ilustram o comportamento diferenciado no que diz respeito à resistência à fadiga em peças de titânio grau 2 com diferentes entalhes (GALLO *et al.*, 2015). Nesse aspecto, destaca-se uma insuficiência de dados na literatura a

respeito da correlação desses temas expostos, o que demanda a necessidade de novas investigações.

Nos últimos 10 anos, uma coleção de dados experimentais e informações foram levantados e expostos através de teses, dissertações e diversos trabalhos científicos, tanto no campo da fadiga como no fenômeno da fluência para o titânio e suas ligas, sob orientação do orientador desta Dissertação. Dentre os resultados mais expressivos tem-se a construção de equações constitutivas para previsão de vida (BARBOZA; MOURA NETO; SILVA, 2004), considerações em ambientes ricos em nitrogênio (REIS *et al.*, 2005), efeitos de microestrutura (BARBOZA *et al.*, 2006), revestimento por aspersão térmica (REIS *et al.*, 2008), tratamentos termoquímicos e deposição de filmes finos (REIS *et al.*, 2011; OLIVEIRA *et al.*, 2012; REIS *et al.*, 2013; OLIVEIRA *et al.*; 2015; OLIVEIRA *et al.*, 2016; PERINA, 2015), que contribuíram para o melhor entendimento de ambos os fenômenos.

Nos casos estudados, os tratamentos e revestimentos realizados foram possíveis graças à colaboração de empresas privadas e instituições de pesquisa parceiras, e os resultados satisfatórios motivaram o prosseguimento dos estudos, dessa vez com a utilização do laser nos tratamentos termoquímicos em amostras de titânio comercialmente puro grau 2.

2 OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho é realizar um estudo a respeito do efeito da nitretação a laser na resistência à fadiga do titânio comercialmente puro (Grau 2), assim como o estudo do efeito de diferentes entalhes, com base na curva S x N. O projeto inclui ensaios de fadiga por flexão rotativa em amostras lisas e com dois tipos de entalhes, análises microestruturais por microscopia óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura, medida de dureza, difração de raio-X e caracterização por análises da superfície de fratura.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

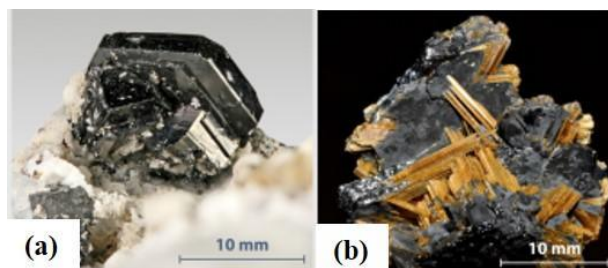
3.1 Titânio

3.1.1 Histórico

O titânio é o quarto metal estrutural mais abundante na crosta terrestre e apresenta uma combinação interessante de características com sua baixa massa específica e elevadas propriedades mecânicas específicas, que podem ser mantidas em temperaturas elevadas. Além disso, apresenta excelente resistência à corrosão em diferentes meios e boa biocompatibilidade. Tais características o tornam um material atrativo, principalmente para aplicações de alta performance, assim como suas ligas, para o setor automobilístico, aeroespacial e biomédico (FROES, 2015; ROMERO *et al.*, 2018).

Na natureza existem aproximadamente seis minerais de titânio: anatásio, brookita, perovskita, titanita, porém os dois principais são o rutilo (TiO_2), com sistema cristalino tetragonal, e ilmenita (FeTiO_3), com sistema cristalino trigonal (Figura 1). De acordo com Zhang *et al.* (2011), o rutilo é o que possui o maior teor de titânio (95 %) enquanto o mineral ilmenita entre 45 e 65 %, variando de acordo com o seu histórico geológico (ZHANG *et al.*, 2011).

Figura 1- (a) Ilmenita e (b) Rutilo



Fonte: BAUM, 2008¹; GERY, 2008² apud MORAES; SEER, 2018.

Os primeiros registros da descoberta do minério são de 1791, pelo clérigo Gregor, no Reino Unido. Porém devido à dificuldade de extrair o metal com um nível de pureza satisfatório, em virtude da significativa afinidade com elementos como oxigênio e nitrogênio associada a inexistência de grandes instalações, capazes de promover a fusão sem a contaminação desses elementos, (LÜTJERING; WILLIAMS, 2003; FROES, 2015),

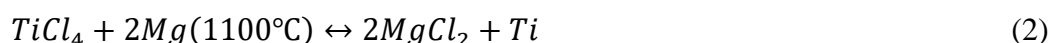
¹ BAUM, M. Wikimedia Commons. 2008. Disponível em <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Ilmenite-173863.jpg>. Acesso em: 21 jun. 2019.

² GÉRY, P. Wikimedia Common. Rutile sur hematite (Brésil). 2008 Disponível em: [https://commons.wikimedia.org/wiki/File%3ARutile_sur_h%C3%A9matite_\(Br%C3%A9sil\).jpg](https://commons.wikimedia.org/wiki/File%3ARutile_sur_h%C3%A9matite_(Br%C3%A9sil).jpg). Acesso em: 21 jun. 2019.

sua extração em larga escala ocorreu apenas por volta dos anos 40, por meio do processo desenvolvido por W. J. Kroll (FROES, 2015).

3.1.2 Produção

No processo desenvolvido por W.J. Kroll, intitulado *Processo Kroll*, a extração do titânio metálico ocorre pela reação entre a ilmenita (ou rutilo) com o cloro e o carbono, onde é realizada a transformação do óxido de titânio em tetracloreto de titânio. Em seguida, ocorre a remoção do tricloreto de ferro, por meio do processo de destilação e a redução do tetracloreto de titânio com magnésio, conforme as Equações 1 e 2. Nesse processo, ocorre a formação de um material de aspecto poroso e esponjoso, denominado esponja de titânio. Para obtenção de lingotes do metal, essa esponja é fundida sob atmosfera inerte ou vácuo. (BALTAR *et al.*, 2008; OLIVEIRA, 2010; WOODDRUFF, 2017).



O *Processo Kroll*, embora continue sendo um dos métodos mais utilizados para obtenção do material em sua forma metálica, apresenta um custo significativo (WOODRUFF, 2017). Ademais, existem outras rotas para a produção de titânio, dentre eles, o processo Hunter, onde há a substituição do magnésio pelo sódio para a obtenção do titânio metálico. Outro processo similar ao processo Hunter é conhecido como Armstrong, onde o processamento ocorre de maneira contínua obtendo-se o pó de titânio, enquanto no Hunter a produção acontece por lotes (WANG *et al.*, 2010). Também pode-se citar o processo de redução eletrolítica, processo de redução gasosa e redução com plasma (SANTOS, 2010). Para a produção dos lingotes, além da fundição, de acordo com Woodruff (2017), técnicas que utilizam feixe de elétrons, forno de fusão a arco e a vácuo também são utilizadas para a produção do titânio comercial (WOODRUFF, 2017).

De acordo com a USGS (*United States Geological Survey*), a produção mundial de minérios de titânio em 2015 foi de 10,3 milhões de toneladas e os principais produtores encontram-se na Austrália, África do Sul, China e Moçambique. Em 2018, 23.000 toneladas de titânio metálico foram importadas pelos Estados Unidos, onde 80% foi direcionado às aplicações do setor aeroespacial e 20% aos processamentos químicos, implantes médicos e geração de energia (WOODRUFF, 2017).

No Brasil, de acordo com o Departamento Nacional de Produção Mineral, foram produzidas aproximadamente 144 toneladas de minério de titânio em 2017, nas regiões do Distrito Federal e Goiás (DNPM – GO/DF, 2017). Segundo o relatório técnico sobre o Perfil do Titânio, desenvolvido por Santos (2010), no intuito de colaborar com o desenvolvimento do plano duocenal (2010-2030), para o Ministério de Minas e Energia, a maior parte do consumo do titânio está concentrada na fabricação de tintas, na forma de TiO_2 , enquanto 36% destina-se à siderurgia e 11% à produção de ligas (SANTOS, 2010). Para a *International Titanium Association* (ITA), em 2019, a tendência é de que o crescimento industrial do titânio aumente de 8 a 10%, quando comparada a 2018, em virtude de uma maior atividade industrial e demanda do setor aeroespacial (ITA-USA, 2019). Demanda esta ilustrada pela porcentagem de titânio presente em novos modelos de aeronaves, como o Airbus A350XWB, Boeing B787 e Bombardier CS300, que varia de 8 a 15%, aproximadamente (M'SAOUBI *et al.*, 2015³apud CAROU *et al.*, 2017). Esse cenário justifica a continuidade das pesquisas desenvolvidas em torno do titânio na última década.

3.1.3 Propriedades

Apesar de apresentar um custo significativo para a sua produção, consumindo cerca de dezesseis vezes mais energia, quando comparada à produção do aço, por exemplo, o titânio desperta grande interesse em setores de alto desempenho, conforme mencionado anteriormente (CASTRO, 2018). De acordo com Fang *et al.* (2018), estruturas em titânio para os carros modernos seriam ideais no lugar do aço, porém o fator custo ainda impede essa aplicação (FANG *et al.*, 2018). Na Tabela 1 são expostas as principais características do titânio comparadas com o ferro e alumínio, metais extensamente utilizados nas indústrias.

De acordo com a Tabela 1, nota-se que a densidade do titânio é inferior à do ferro, aproximadamente 60%, o que o classifica como um metal leve, de forma similar ao alumínio e magnésio. Entretanto, o titânio se destaca entre os metais leves por apresentar ligas capazes de manter boa parte de suas propriedades até 500° C, o que permite sua aplicação em alguns componentes de turbinas para aeronaves (CHUNXIANG *et al.*, 2011).

³ SAOUBI, M' *et al.* High performance cutting of advanced aerospace alloys and composite materials. CIRP Ann.-Manuf. Tech. v. 64, p. 557-580, 2015.

Segundo Boyer (2010), em aplicações aeronáuticas, o perfil apresentado por este material é de extrema importância. O autor exemplifica com a aplicação do titânio na substituição de molas de aço, pois, com o conjunto baixa massa específica e módulo de Young equivalente à metade do módulo do aço, o número de bobinas poderia ser reduzido pela metade sem perda significativa de resistência mecânica, garantindo, ainda, redução no peso da aeronave. Além disso, por apresentar uma resistência à corrosão superior ao aço, os custos referentes à manutenção também podem ser reduzidos (BOYER, 2010).

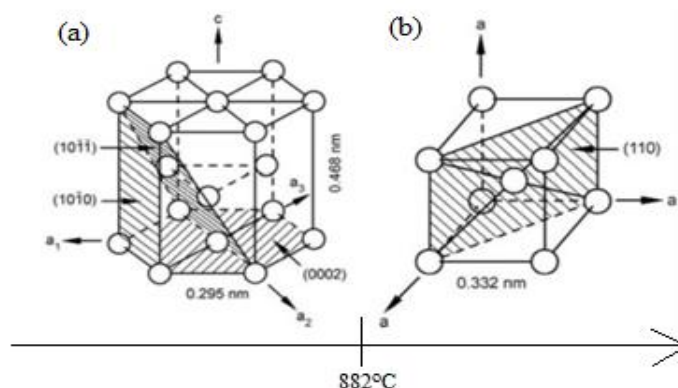
Tabela 1 - Tabela comparativa das principais características do titânio, ferro e alumínio.

	Ti	Fe	Al
Temperatura de Fusão (° C)	1668	1538	660
Temperatura da transformação alotrópica (° C)	882 $\alpha \rightarrow \beta$	912 $\gamma \rightarrow \alpha$	-
Estrutura cristalina	$HC \rightarrow CCC$	$CFC \rightarrow CCC$	CFC
Módulo de Young (E) em temperatura ambiente (MPa)	115	215	72
Densidade (g/cm ³)	4.5	7.9	2.7
Peso atômico (u.a.)	47,9	55,8	27
Número atômico	22	26	13

Fonte: Adaptado de LÜTJERING; WILLIAMS, 2003; OLIVEIRA, 2010; PALMA, 2016.

Assim como o ferro, o titânio também apresenta uma transformação alotrópica, nesse caso em 882°C, onde à temperatura ambiente, apresenta a fase α com estrutura cristalina hexagonal compacta e, ao atingir a temperatura de transformação, passa para estrutura cúbica de corpo centrado, denominada como fase β , mantida até a temperatura de fusão. (BRUNETTE *et al.*, 2001; SHAHMIR; LANDON, 2016; CASTRO, 2018). Na Figura 2, são ilustradas as duas estruturas cristalinas das fases do titânio.

Figura 2- Estruturas cristalinas referentes às fases α e β relacionadas com a temperatura da transformação alotrópica. (a) Estrutura cristalina hexagonal compacta; (b) Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado.



Fonte: Adaptado de LÜTJERING; WILLIAMS, 2003.

Ainda na Figura 2, também são expostos os planos principais de deslizamento, tanto na fase α como na fase β . Para a estrutura cristalina hexagonal compacta, tem-se o plano (1010), conhecido como o plano prismático, (1011) o plano piramidal e (0001), o plano basal. De acordo com o autor do livro *“Titanium: Physical Metallurgy, Processing and Applications”*, F. H. Froes (2015), caso a fase presente seja predominantemente alfa, ou seja, uma amostra com pureza alta, o deslizamento tende a ser favorecido no plano (1010). Outros planos podem até operar, como o deslizamento do plano basal $\langle a \rangle$, piramidal $\langle a \rangle$ e $\langle c+a \rangle$, porém vale ressaltar que todos sofrem escorregamento na direção mais compacta, $\langle 1120 \rangle$ (FROES, 2015; ZHAO, 2019). Ademais, a relação c/a para o titânio é igual a 1,5857, ou seja, menor que a ideal que equivale a 1,633, o que favorece a deformação no plano prismático $\langle a \rangle$ (ZHAO, 2019).

Panda *et al.* (2014) relataram que a orientação cristalográfica influencia na resposta mecânica do titânio comercialmente puro laminado, uma vez que as medidas de dureza e o módulo de Young foram maiores nas orientações próximas aos planos basais. O autor sugere que a presença de discordâncias do tipo $\langle c+a \rangle$ referente aos planos piramidais, que demandam uma maior tensão para que o deslizamento ocorra, além de uma mobilidade insignificante das discordâncias nessa região, justificam o aumento da dureza. Nesse sentido, nota-se que as características metalúrgicas do titânio influenciam positivamente em sua resposta mecânica.

A classificação dos tipos de titânio e suas ligas baseiam-se de acordo com as porcentagens de elementos residuais presentes. A ASTM (*American Society for Testing and Material*) ilustra pelo menos 38 tipos de titânio e ligas deste metal. No que diz respeito

ao titânio comercialmente puro os graus variam do 1 ao 4, conforme a Tabela 2, enquanto que do 5 em diante são classificadas as ligas de titânio.

Neste trabalho, as amostras estudadas são de titânio grau 2. Essa categoria de titânio apresenta larga aplicação tanto no setor biomédico, em implantes ortopédicos, como no setor industrial, com aplicações marítimas, em trocadores de calor, tanques, equipamentos térmicos e componentes de aeronaves (REALUM, ARCAM, 2019).

Tabela 2- Classificação do Titânio comercialmente puro.

		Concentração de impurezas no Titânio Comercialmente Puro (% em peso)					
		N	H	O	C	Fe	Ti
Grau 1	Chapa	0,03	0,015	0,18	0,1	0,2	Balança
	Barra ou tarugo	0,03	0,0125	0,18	0,1	0,2	
Grau 2	Chapa	0,03	0,015	0,25	0,1	0,3	
	Barra ou tarugo	0,03	0,0125	0,25	0,1	0,3	
Grau 3	Chapa	0,05	0,015	0,35	0,1	0,3	
	Barra ou tarugo	0,05	0,0125	0,35	0,1	0,3	
Grau 4	Chapa	0,05	0,015	0,4	0,1	0,5	
	Barra ou tarugo	0,05	0,0125	0,4	0,1	0,5	

Fonte: Adaptado de Palma (2016) e da norma ASTM B 265.

No que diz respeito ao comportamento mecânico, os diferentes mecanismos de deformação influenciam fortemente a sua resposta mecânica. Em metais com estrutura hexagonal compacta submetidos a deformação plástica, a deformação por maclação é favorecida, uma vez que os sistemas de deslizamento são insuficientes. No titânio α , esse comportamento não é diferente e a resposta mecânica tende a variar de acordo com uma série de fatores, como por exemplo o tamanho dos grãos, quantidade e tamanho das maclas, além de fatores externos como a temperatura e o tipo de processamento.

Zhao *et al.* (2019) avaliaram o efeito do tamanho de grão e a presença de maclas em amostras de titânio comercialmente puro torneadas com diamante de ultraprecisão e concluíram que a presença de grãos maiores e maclas mais espessas favorecem a formação de microtrincas devido ao alto nível de tensão nessas regiões. O autor sugere que esse cenário pode ser revertido desde que um refinamento dos grãos seja realizado de maneira a aumentar a área de contornos de grão e, conseqüentemente, diminuir a tensão concentrada

nos contornos durante o processo de torneamento (ZHAO, 2019). Dessa maneira, seria possível aumentar o tempo de utilização desse material até a falha.

Outro estudo realizado por Garbacz *et al.* (2018) avaliaram o efeito do tamanho de grão nas propriedades de superfície do titânio grau 2 direcionadas a aplicações biomédicas sob diferentes tratamentos, concluindo que um menor tamanho de grão favorece o fenômeno de nitretação a plasma, em virtude da maior densidade de contornos de grão que aumentam a taxa de difusão no material. Nesse caso, as propriedades de superfície também foram beneficiadas devido a presença de grãos menores e alta densidade de contornos em consequência da maior reatividade local (GARBACZ *et al.*, 2018).

O autor não é o único a relatar a busca por melhorias nas propriedades de superfície do titânio e suas ligas, visto que essa é uma etapa crucial para aplicações que demandam suporte de carga ou ainda interações de deslizamento com outros metais. Ou seja, desde aplicações biomédicas até as aeroespaciais, apesar das excelentes propriedades do titânio, ele apresenta propriedades tribológicas ineficientes. Essa situação pode ser contornada pela aplicação de revestimentos duros e, para isso, diferentes vias podem ser adotadas, como por exemplo, as deposições físicas ou químicas de vapor (PVD ou CVD), ou tratamentos termoquímicos (KAMAT *et al.*, 2017).

3.2 TRATAMENTOS TERMOQUÍMICOS

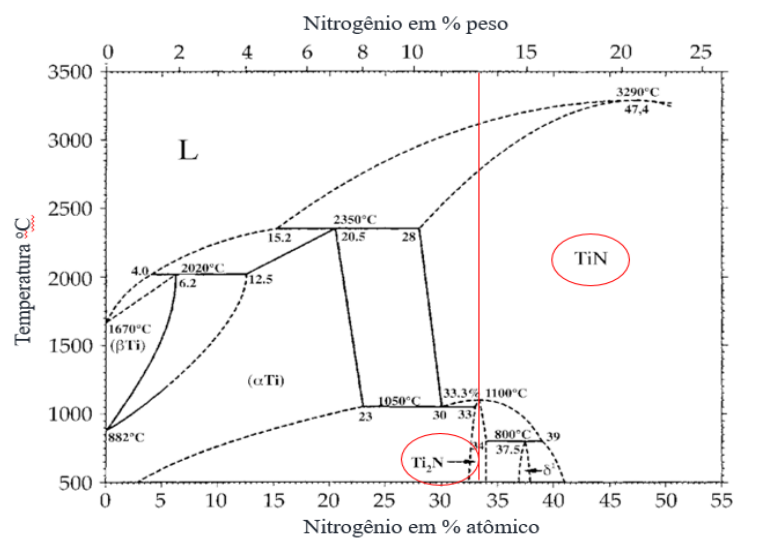
Os tratamentos termoquímicos de superfícies metálicas visam melhorar, significativamente, o comportamento tribológico da superfície dos metais e suas ligas através de mudanças macro e microestruturais, conferindo um equilíbrio adequado das propriedades mecânicas de acordo com determinada aplicação (SARMA *et al.*, 2019). No caso do titânio e suas ligas, os tratamentos superficiais visam contornar a baixa resistência ao desgaste e elevado coeficiente de atrito, a partir do metal base ou pela introdução de outros metais (KIM; LEE, 2019; KAMAT *et al.*, 2016). Diferentes técnicas foram desenvolvidas no intuito de diminuir as desvantagens tribológicas do titânio e suas ligas pela formação de camadas superficiais constituídas de elementos de liga que possuem elevada afinidade com o titânio, como por exemplo o nitrogênio, que apresenta uma solubilidade em torno de 22% at a 1050° C, e é capaz de formar nitretos de titânio suficientemente duros e capazes de melhorar as características superficiais deste material

(EL-HOSSARY *et al.*, 2015; SARMA; CHANDRAN, 2011; FAROKHZADEH; EDRISY, 2017).

3.2.1 Nitretação

A nitretação é uma das técnicas mais utilizadas para adequar as propriedades superficiais do titânio. Nesse método, de maneira geral, o nitrogênio é dissolvido na matriz do titânio e uma camada superficial constituída de nitretos é formada, normalmente com TiN, Ti₂N, formados acima de 33%at. de nitrogênio, conforme o diagrama de fases na Figura 3, e em solução sólida de α -Ti (KAMAT *et al.*, 2016). Sarma e Chandran (2011) apontam que no primeiro estágio desse processo uma zona endurecida de solução sólida é formada na superfície, como ao longo do processo a concentração de N tende a aumentar, o limite de solubilidade é ultrapassado e assim se forma inicialmente uma camada superficial rica em Ti₂N. De maneira similar, para a formação da fase TiN, a interface atinge novamente o ponto de saturação, o que acarreta a formação no novo nitreto conforme a Figura 4.

Figura 3 - Diagrama de fase do sistema Ti-N.



Fonte: Adaptado de Wriedt; Murray (1987) ⁴apud Kamat *et al.* (2019).

⁴ WRIEDT, H.A.; MURRAY, J. L. The N-Ti (nitrogen-titanium) system. Bull. Alloy Phase Dia .v. 8, p. 378-388, 1987.

Figura 4 - Ilustração esquemática do processo geral de nitretação.



Fonte: Adaptado de Sarma e Chandran (2011).

A presença de nitretos na superfície de peças de titânio configura um aumento significativo na dureza, conferindo aumento nas propriedades tribológicas do metal, enquanto que a zona de difusão aumenta a capacidade de suporte de carga, conferindo um suporte mecânico para a camada gerada (FAROKHZADEH; EDRISY, 2017). O TiN, por exemplo, confere além da dureza elevada, uma adequada resistência ao desgaste, condutividade térmica, além de ser biocompatível. Ele apresenta coloração dourada e é aplicado em revestimentos de ferramentas de corte e brocas, como cadinhos de fundição de metal, revestimentos ópticos e instrumentos cirúrgicos (BLACK; COPLEY; TODD, 2017). Para a formação desses compostos diversas técnicas têm sido adotadas, como a nitretação gasosa, nitretação via plasma, nitretação a laser, dentre outras rotas.

3.2.1.1 Nitretação a laser

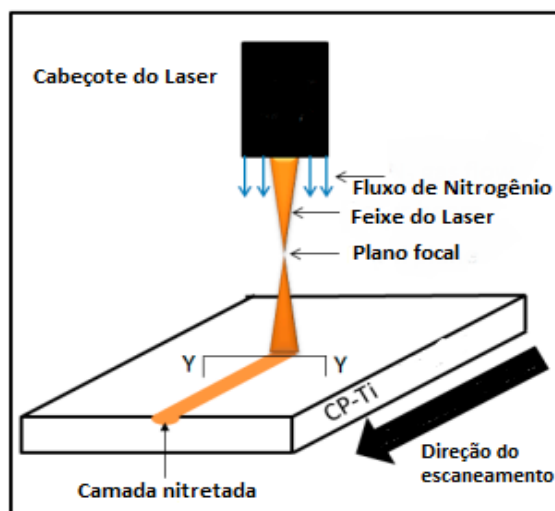
O Laser (*light amplification of stimulated emission radiation*) é uma radiação eletromagnética monocromática, coerente e de baixa divergência. Os principais componentes de um equipamento laser incluem um meio ativo, que gera o fenômeno de emissão estimulada e amplificação da radiação, a partir da excitação dos átomos e/ou moléculas presentes no meio ativo, por meio de um bombeamento externo (óptico, elétrico), dentro de uma cavidade óptica ressonante. A cavidade ressonante é formada, em geral, por espelhos em suas extremidades, sendo um deles capaz de permitir a passagem de parte da radiação, que originará o feixe de laser (SOUTO, 2019).

Modificar a superfície do material via laser, tem como objetivo alterar a composição da superfície ou até mesmo a microestrutura do material com a finalidade de fornecer as

propriedades desejadas, seja para promover o endurecimento da superfície para que o material apresente uma adequada resistência ao desgaste ou ainda induzir tensões de compressão residuais, o que acarreta uma melhora na vida útil à fadiga. Nesse sentido, a respeito da nitretação a laser, esta é uma rota promissora e vem recebendo atenção nas últimas três décadas. (KAMAT; COPLEY; TODD, 2016; CHAN *et al.*, 2017; KANNATEY-ASIBU, 2009).

A Figura 5 ilustra o processo de nitretação a laser em uma amostra de titânio comercialmente puro, com a focalização do feixe sobre a superfície do material e o fornecimento de gás nitrogênio na direção coaxial. Em virtude da alta intensidade do feixe (razão entre potência e área focalizada), a área da amostra de titânio sofre o processo de fusão que promove a incorporação do nitrogênio em sua superfície. Esse nitrogênio é transportado para camadas mais profundas do substrato através do processo de convecção associado ao fenômeno de difusão, o que acelera a nitretação, se comparado às técnicas de nitretação gasosa e via plasma (KAMAT *et al.*, 2019). Uma vez que o feixe varre a superfície, à medida que o raio se afasta, representada pela região Y-Y, ocorre a solidificação rápida e fora do equilíbrio, fazendo com que a superfície tratada perca calor de maneira rápida para o restante da amostra via condução térmica.

Figura 5 - Ilustração esquemática do processo de nitretação a Laser em uma amostra de titânio.



Fonte: Adaptado de KAMAT *et al.*, 2019.

No caso específico da nitretação do titânio via laser, observa-se a precipitação das fases TiN, uma solução sólida de titânio rica em nitrogênio (α -Ti) e a formação do titânio martensítico, (α' -Ti). A microestrutura dessas fases pode ser controlada pela variação de

parâmetros de processo, como a potência do laser, diâmetro focal, velocidade de varredura e o fluxo do gás. Tais parâmetros devem ser cuidadosamente estudados, uma vez que devido à rápida solidificação pode ocorrer a sensibilização da superfície, o que pode deixar o material suscetível a defeitos como fissuras e porosidades. Nesse aspecto, busca-se os parâmetros ideais de processamento a fim de contornar essas desvantagens (KAMAT *et al.*, 2019).

Lisiecki e Piwnik (2016) realizaram uma avaliação das propriedades tribológicas de amostras de titânio Grau 2 e Ti6Al4V, nitretadas a laser, e concluíram que o tratamento favoreceu ao aumento da dureza, sendo que a amostra que apresentou uma melhor resistência ao desgaste foi a submetida a menor intensidade do feixe de laser. Além disso, nenhuma das amostras apresentou fissuras pós-tratamento (LISIECKI; PIWNIK, 2016). Em outro estudo, desta vez realizado por Chan *et al.* (2017), os pesquisadores utilizaram a técnica de nitretação a laser em amostras de titânio grau 2 e grau 5 para aplicações biomédicas. Neste trabalho os autores buscaram realizar o processo em atmosfera aberta, como uma forma de facilitar a nitretação a laser em implantes ortopédicos com geometrias complexas. Para eles, dois fatores que influenciaram fortemente a formação da camada de nitreto, na cor dourada (TiN), foi a intensidade do feixe de laser e a pressão do gás nitrogênio, pois quando estes fatores eram muito elevados a oxidação e a instabilidade da operação eram favorecidos (CHAN *et al.*, 2017).

Nesse sentido, buscar vias que possam contornar o aparecimento de fissuras na superfície, uma adequada espessura de camada capaz de melhorar a resistência ao desgaste em peças de titânio nitretadas a laser é um grande desafio. Além de tornar viável e com um grau de repetitividade adequado sua aplicação em peças de geometrias complexas.

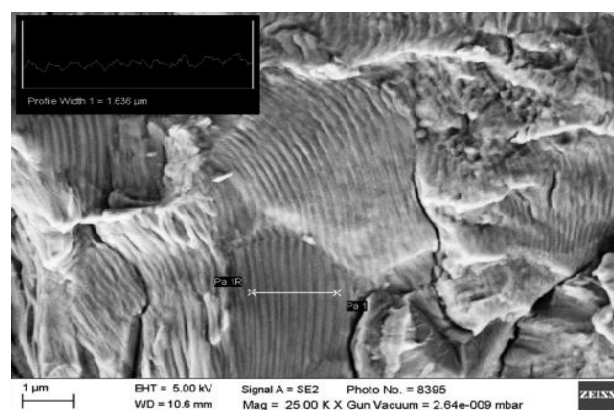
3.3 ASPECTOS GERAIS DO FENÔMENO DA FADIGA

A ASTM define fadiga como um processo em que ocorre uma mudança na estrutura do material de maneira pontual e progressiva, em virtude de tensões e deformações oscilantes em um ou vários pontos, que levam à formação de microtrincas ou fraturas depois de um número de flutuações (ASTM, E 1823 – 09^a, 2009). Esse fenômeno é estudado há mais de 100 anos devido a sua natureza complexa e desperta muito interesse em atividades industriais de diversos setores, como o aeronáutico, automobilístico e o biomédico.

A falha ocasionada pela fadiga ocorre em níveis de tensões menores do que os valores de limite de escoamento do material, como consequência da aplicação de cargas cíclicas no material. Estima-se que as falhas por fadiga representem 3% do produto nacional bruto dos Estados Unidos e uma porcentagem similar é atribuída a outros países desenvolvidos. Esse tipo de dano é caracterizado por três principais etapas: a nucleação da trinca, sua coalescência e crescimento estável, seguido da ruptura do material (KAMAL; RAHMAN, 2018; DOWLING, 2013).

Uma trinca tende a nuclear-se onde há um acúmulo de deformação plástica localizada, em um local onde o material apresenta descontinuidades como poros ou algumas inclusões. As etapas finais de processamento dos materiais também podem gerar defeitos superficiais como fissuras ou a ocorrência de corrosão por pite, favoráveis à nucleação de uma trinca. Com relação à propagação das trincas formadas, estas são influenciadas pelo tipo de defeito em que a trinca se iniciou e a microestrutura da área que a circunda. Dessa maneira, pode haver tanto a aceleração ou bloqueio dessas microtrincas. O segundo estágio de propagação da trinca, submetida a esforços de fadiga, é comumente caracterizado pela presença de estrias, conforme a Figura 6, visíveis com o auxílio de um microscópio e oriundas do avanço na ponta da trinca em virtude do carregamento. Outra característica relacionada a uma falha por fadiga é a presença das “marcas de praia”, estas visíveis a olho nu e que localizam a posição da trinca no momento em que um carregamento cíclico é suspenso (ZERBST; MADIA; VORMWALD, 2019; TOTTEN, 2008).

Figura 6- Estrias em uma liga de Ti6Al4V submetida a falha por fadiga



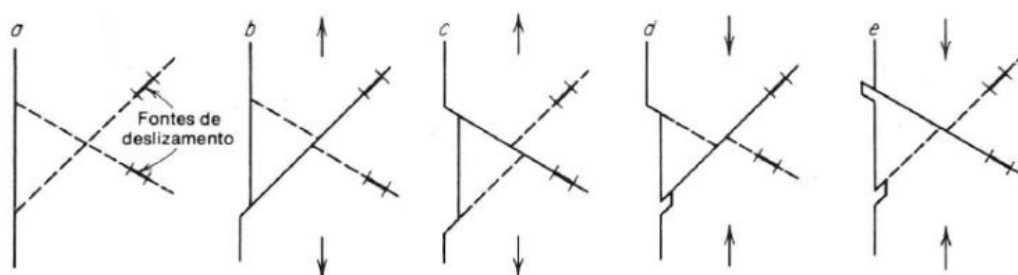
Fonte: PANT *et al.*, 2016.

Pant *et al.* (2016) avaliaram a correlação entre o espaçamento dessas estrias e o crescimento da trinca sob diferentes tratamentos superficiais. Para os autores, a largura das estrias é fortemente influenciada pela taxa de deslocamento da ponta da trinca, assim como

o número de ciclos e do tratamento utilizado. Nesse aspecto, um diferente efeito de tensão compressiva residual é gerado e, quanto maior essa tensão, menor o espaçamento das estrias e menor o crescimento da trinca, proporcionando um aumento da vida em fadiga em virtude da presença dessas tensões compressivas (PANT *et al.*, 2016). Já Li *et al.* (2018) reportaram o comportamento em fadiga de uma amostra de titânio grau 2 após um tratamento de pré-deformação. Nesse caso, houve um aumento da vida em fadiga em virtude do aumento na densidade de discordâncias, assim como o aumento das maclas no material (LI *et al.*, 2018).

Outra característica interessante do processo de fadiga envolve a formação de extrusões e intrusões. Esse fenômeno é atribuído a existência de dois sistemas de deslizamento que operam em sequência, em virtude da atuação dos componentes de tração do ciclo de tensões, o que resulta na formação de dois degraus na superfície. Quando o componente de compressão começa a atuar, o primeiro sistema que iniciou a operação favorecerá a formação da intrusão, enquanto o outro sistema formará a extrusão, conforme a Figura 7 (COTTRELL, HULL, 1957⁵ apud ANTUNES, 2017).

Figura 7 - Mecanismos de formação de intrusão e extrusão.

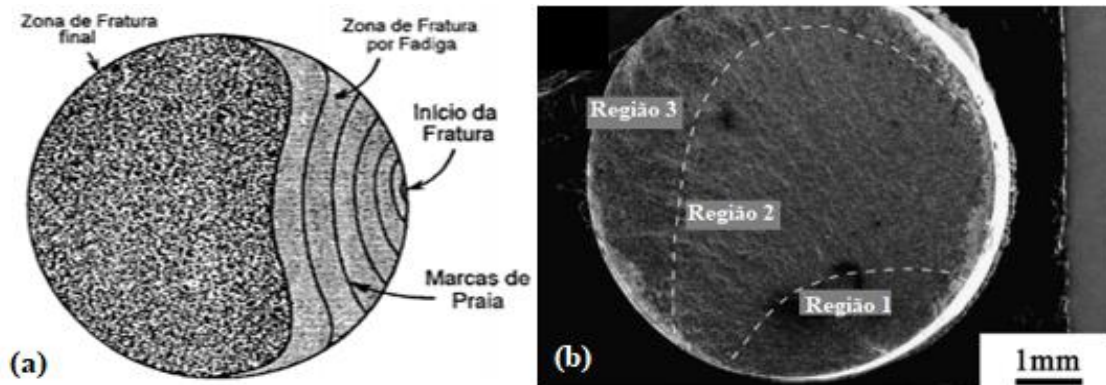


Fonte: COTTRELL, HULL, 1957⁵apud ANTUNES, 2017.

Com relação a fratura em fadiga, as marcas de praia mencionadas anteriormente, ilustram o crescimento estável da trinca, conforme a Figura 8 (a). Outra região observada corresponde a fratura final, onde as características dependem do tipo de material, o dimensionamento da peça e as cargas aplicadas. Entretanto, de maneira geral, é comum observar um aspecto fibroso e irregular. A Figura 8 (b) ilustra a superfície de fratura por fadiga de uma amostra de titânio comercialmente puro. Nesse caso, Wang *et al.* (2015) descrevem a Região 1 como o início da trinca, na Região 2 a área referente ao crescimento da trinca e a zona de fratura como a Região 3 (WANG *et al.*, 2015).

⁵ COTTRELL, A. H.; HULL, D. Extrusion and intrusion by cyclic slip in copper. Proc. R. Soc. London, v. 242A, p. 211-217, 1957

Figura 8 - (a) Representação esquemática de uma superfície de fratura por fadiga. (b) Superfície de fratura por fadiga em uma amostra de titânio comercialmente puro.



Fonte: REED-HILL, 1982; WANG *et al.*, 2015.

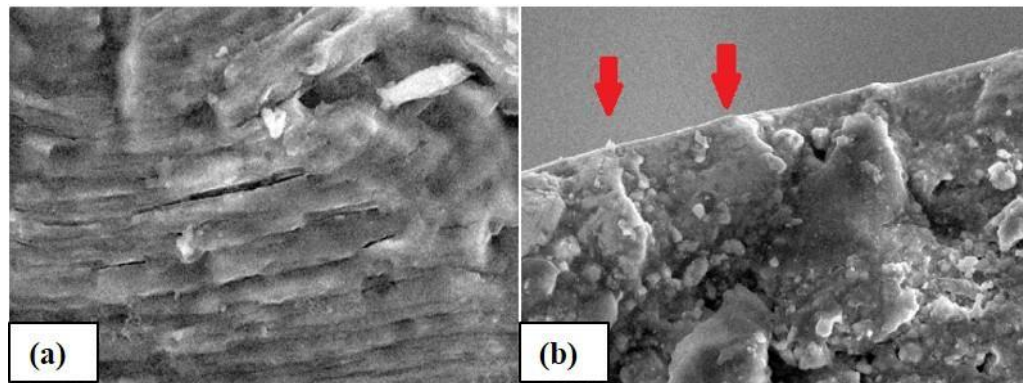
May (2010) relatou três casos de acidentes aéreos em que as falhas foram induzidas por fadiga que ilustram a importância da compreensão desse fenômeno. Um deles é apresentado nas Figura 9 e Figura 10 (a) e (b), nesse caso a falha ocorreu no trem de pouso da aeronave Cessna L19 Bird Dog. De acordo com as investigações as falhas foram induzidas após uma série de pousos em terreno irregular. A região em destaque na Figura 9 sinaliza um dos pontos em que os peritos localizaram marcas de praia, indicando que as falhas foram induzidas por fadiga. Já nas Figura 10 (a) e (b), apontam as estrias e os pontos em que houve a início das trincas.

Figura 9- Eixo fraturado do trem de pouso da aeronave.



Fonte: MAY, 2010.

Figura 10- (a) Marcas de praia. (b) Início da trinca.



Fonte: MAY, 2010.

Outro fator que também pode comprometer a vida em fadiga é a presença de descontinuidades na superfície do material. Peças com geometrias complexas ou até mesmo ranhuras na superfície são locais favoráveis para a iniciação de trincas. Com isso, além de compreender o fenômeno da fadiga em superfícies ideais (lisas), saber o quanto essas descontinuidades podem afetar o desempenho desses componentes é crucial para o desenvolvimento de projetos em engenharia.

3.4 SENSIBILIDADE AO ENTALHE

Estimar a vida útil em fadiga de um material em operação é extremamente importante, conforme salientado anteriormente. No caso de peças mais complexas, a presença de descontinuidades geométricas ou entalhes tende a reduzir a vida em fadiga das peças, uma vez que assumem o papel de concentradores de tensão.

Um concentrador de tensão pode ser um orifício presente na peça, ressaltos, ranhuras e sua presença pode favorecer a iniciação de trincas em virtude da tensão mais elevada na sua região. Nesse aspecto, compreender o comportamento de uma peça ou componente com a presença de entalhes é de extrema importância e deve ser considerado em projetos de engenharia (ANTUNES *et al.*, 2019).

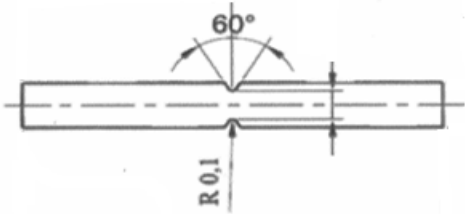
O efeito de um entalhe pode ser caracterizado pelo fator de concentração de tensão teórico, identificado como K_t , conforme a Equação 3. Este fator equivale a razão entre a tensão no local do entalhe ($\sigma_{Máx}$) pela tensão nominal (σ_{Nom}). Os valores de K_t podem variar tanto com a geometria do entalhe, quanto pelo tipo de carregamento aplicado. Componentes

que apresentam altos valores de K_t tendem a sofrer com um curto período de vida até a iniciação de trincas ou até mesmo com o risco de uma fratura frágil (DOWLING, 2013).

$$K_t = \frac{\sigma_{m\acute{a}x}}{\sigma_{nom}} \quad (3)$$

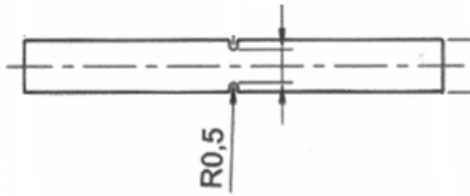
O cálculo exato de K_t para diferentes tipos de entalhes não é trivial, mas sim através de soluções analíticas complexas. Logo, boa parte desses cálculos são catalogados, uma vez que dependem da geometria e há um número ilimitado de geometrias do entalhe juntamente com a profundidade do raio, e o tipo de carga (NICHOLAS, 1999). Nas Tabela 3 e 4 são ilustrados dois tipos de entalhes e suas respectivas fórmulas para o cálculo de K_t , apresentadas por Castro e Meggiolaro (2009). Os autores definem h como a diferença entre os diâmetros maior e menor da peça, D e D' , respectivamente, enquanto r equivale ao raio presente no entalhe e v o ângulo do corpo de prova.

Tabela 3- K_t para corpos de prova submetidos a flexão com entalhe em V.

	$K_{tv} = 1,065 * \left[f_1 + f_2 * \left(2 * \frac{h}{D} \right) + f_3 * \left(2 * \frac{h}{D} \right)^2 + f_4 * \left(2 * \frac{h}{D} \right)^3 \right] - \left[0,022 + 0,137 * \left(\frac{v}{150} \right)^2 \right] * \left[f_1 + f_2 * \left(2 * \frac{h}{D} \right) + f_3 * \left(2 * \frac{h}{D} \right)^2 + f_4 * \left(2 * \frac{h}{D} \right)^3 - 1 \right] * \left[f_1 + f_2 * \left(2 * \frac{h}{D} \right) + f_3 * \left(2 * \frac{h}{D} \right)^2 + f_4 * \left(2 * \frac{h}{D} \right)^3 \right], \text{ onde } f_1, f_2, f_3 \text{ e } f_4 \text{ são:}$ $f_1 = 0,935 + 1,922 * \sqrt{\left(\frac{h}{r'} \right)} + 0,004 * \left(\frac{h}{r'} \right)$ $f_2 = -0,552 - 5,327 * \sqrt{\left(\frac{h}{r'} \right)} + 0,086 * \left(\frac{h}{r'} \right)$ $f_3 = 0,754 + 6,281 * \sqrt{\left(\frac{h}{r'} \right)} - 0,121 * \left(\frac{h}{r'} \right)$ $f_4 = -0,138 - 2,876 * \sqrt{\left(\frac{h}{r'} \right)} + 0,031 * \left(\frac{h}{r'} \right)$
---	---

Fonte: CASTRO; MEGGIOLARO, 2009.

Tabela 4- K_t para corpos de prova submetidos a flexão com entalhe em U.

	$K_{tu} = \left[0,455 + 3,354 * \sqrt{\left(\frac{h}{r}\right)} - 0,769 * \left(\frac{h}{r}\right) \right]$ $+ \left[0,891 - 12,721 * \sqrt{\left(\frac{h}{r}\right)} + 4,593 * \left(\frac{h}{r}\right) \right]$ $* \left(2 * \frac{h}{D} \right)$ $+ \left[0,286 + 15,481 * \sqrt{\left(\frac{h}{r}\right)} - 6,392 * \left(\frac{h}{r}\right) \right]$ $* \left(2 * \frac{h}{r} \right)^2$ $+ \left[-0,632 - 6,115 * \sqrt{\left(\frac{h}{r}\right)} + 2,568 * \left(\frac{h}{r}\right) \right]$ $* \left(2 * \frac{h}{r} \right)^3$
---	--

Fonte: CASTRO; MEGGIOLARO, 2009.

Com relação ao efeito que o entalhe exerce sobre o comportamento da vida em fadiga do material outros dois parâmetros devem ser considerados, o K_f e q . O primeiro representa o fator real de redução da vida em fadiga, especialmente em ciclos de 10^6 ou 10^7 . Ele equivale a razão entre a resistência a fadiga, σ_{fu} , em um determinado número de ciclos do material não entalhado, pela resistência a fadiga do material entalhado, σ_{fe} , determinado sob os mesmos parâmetros experimentais, conforme a Equação 4. Enquanto o segundo define a sensibilidade ao entalhe do material, de acordo com a Equação 5 (DOWLING, 2013; ANTUNES, 2017).

$$K_f = \frac{\sigma_{fu}}{\sigma_{fe}} \quad (4)$$

$$q = \frac{K_f - 1}{K_t - 1} \quad (5)$$

Em condições de elevada sensibilidade ao entalhe, tem-se $K_f = K_t$, onde q equivale a 1. Os valores de q tendem a variar de 0 a 1 e evidencia o quanto um material é afetado pelo entalhe, ou seja, para valores $q = 0$ e $K_f = 1$, a presença do entalhe não afetaria o material.

Nie *et al.* (2018) avaliaram o efeito do entalhe no comportamento em fadiga de ligas de titânio e relataram que a presença do entalhe diminuiu significativamente a resistência a fadiga das amostras, além da dispersão maior apresentada nesse grupo uma vez que as trincas foram iniciadas em diferentes profundidades do entalhe. Em outro experimento realizado por Perina (2016), em amostras de titânio grau 2 com e sem tratamento superficial, a presença do entalhe reduziu a vida em fadiga nas duas condições testadas

(NIE *et al.*, 2018; PERINA, 2016). Dessa maneira, a sensibilidade ao entalhe e seu efeito na vida em fadiga no desempenho de diferentes componentes, submetidos a cargas cíclicas deve ser avaliada de maneira criteriosa, visto que mesmo para cenários próximos do ideal, como em superfícies polidas o dano induzido por fadiga já ocorre. Logo, na presença de entalhes a atenção e cuidado devem ser redobrados.

3.5 TRATAMENTO MATEMÁTICO PARA ANÁLISE DOS DADOS DE FADIGA

Uma análise matemática dos dados de fadiga é necessária em virtude de fatores como a heterogeneidade das propriedades mecânicas das amostras, diferenças microestruturais ou até mesmo de acabamentos superficiais, o que faz com que mesmo em laboratório a análise da vida em fadiga seja mais complexa e com uma expressiva dispersão de dados. Logo, para que a vida em fadiga seja estimada é interessante que seja identificado o modelo a ser utilizado, assim como a variável dependente adequada e a definição das constantes do modelo. Além do grau de confiança que o modelo fornece (LEE *et al.*, 2005; ANTUNES, 2017; BARBOSA *et al.*, 2019).

De acordo com a norma ASTM E739-91, a construção da curva $S-N$, onde a tensão ou tensão nominal, σ_a ou S_a , é plotada versus o número de ciclos até a falha, representa uma boa prática para caracterizar o material de interesse ou prever o comportamento futuro de amostras aleatórias dentro de um intervalo específico de tensão e ou deformação através da projeção de uma linha de ajuste com base nos dados experimentais.

A curva $S-N$ irá descrever as relações entre uma determinada amplitude de tensão e o número de ciclos necessários para que a amostra atinja a falha. Diversos modelos matemáticos são utilizados para a construção da curva tensão-vida em fadiga. Nas equações 6 a 9, $\sigma_{máx}$ representa a tensão máxima e $\sigma_{mín}$, a tensão mínima praticada no carregamento cíclico, enquanto N representa o número de ciclos. Outro ponto a ser considerado é a escolha da variável dependente que pode ser a vida em fadiga (N) ou o logaritmo da vida, $\log(N)$, enquanto a variável independente é a tensão, conforme a Equação 9 (DOWLING, 2013; METALS, 1989).

$$\log N = A'_1 + A'_2 * \log(\sigma_{máx} - \sigma_{mín}) \quad (6)$$

$$\log N = A'_1 + A'_2 * \sigma_{máx} \quad (7)$$

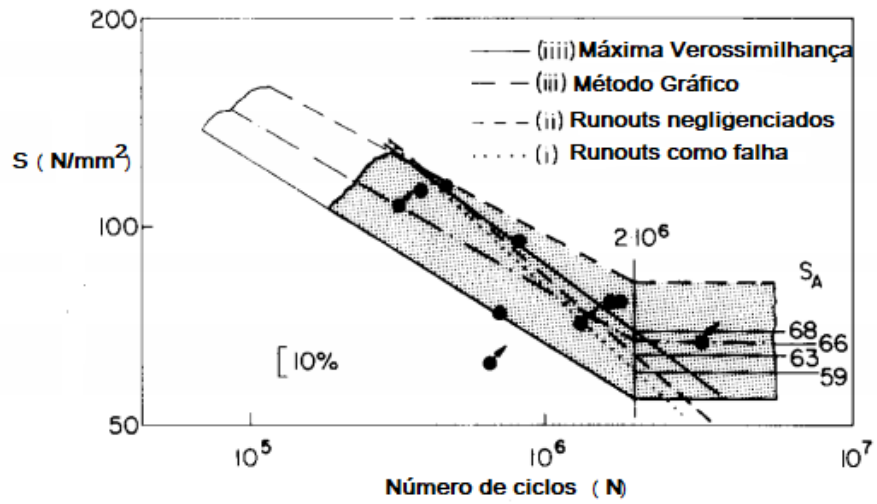
$$N = A'_1 + A'_2 * \sigma_{m\acute{a}x} \quad (8)$$

$$N = A'_1 + A'_2 * \log \sigma_{m\acute{a}x} \quad (9)$$

Lee (2005) expõem que o Método dos Mínimos Quadrados é um dos mais recomendados para análise das propriedades em fadiga do material e para a determinação das constantes A e B. Entretanto, este método negligencia as amostras “censuradas”, conhecidas como *runouts*. Estas são peças que após atingir o número de ciclos definido previamente, normalmente 10^6 ou 10^7 , tem o ensaio interrompido antes da fratura. Nesse caso, declara-se que essas amostras são capazes de suportar um número infinito de ciclos sem falhar, uma afirmação que apesar de ser uma suposição não pode ser rejeitada e nem confirmada (LEE, 2005; GÄNSER; MAIERHOFER; CHRISTINER, 2015).

Um método capaz de contornar estes desvios é conhecido como o Método da Máxima Verossimilhança, pois atribui-se que a natureza estatística dos dados da vida em fadiga é similar aos níveis de estresse de interesse aplicados (LING, 1997). De acordo com Spindel e Halbach (1979), este método baseia-se na teoria de que a hipótese mais provável tende a ser aquela que apresenta as maiores chances de produzir o resultado observado, ou seja, declara-se que o resultado da probabilidade de uma hipótese na verossimilhança é proporcional a ideia de que cada caso em particular seja verdadeiro. Na Figura 11 é exposto o comportamento de diferentes métodos e a presença de desvios nos valores de resistência à fadiga onde, apesar dos desvios serem pequenos, quando comparados uns com os outros, em um projeto de engenharia esses valores podem definir o uso ou não de determinado material ou componente. Nesse sentido, a escolha do melhor tratamento matemático torna-se crucial (SPINDEL; HAIBACH, 1979).

Figura 11- Diferença nos resultados obtidos por vários métodos de análise dos dados de fadiga.



Fonte: Adaptado de SPINDEL; HAIBACH, 1979.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

O material utilizado no decorrer do projeto foi o titânio grau 2, adquirido através da empresa Realum Indústria e Comércio de Metais Puros e Ligas Ltda. O material foi recebido na forma de barras cilíndricas com 12 mm de diâmetro e 1,0 m de comprimento. A composição química (% peso) fornecida pelo Certificado de Qualidade está apresentada na Tabela 5.

Tabela 5 - Composição química do Ti Grau 2, fornecido pela empresa Realum Indústria e Comércio de Metais Puros e Ligas Ltda, de acordo com a norma ASTM B348 –Grau 2.

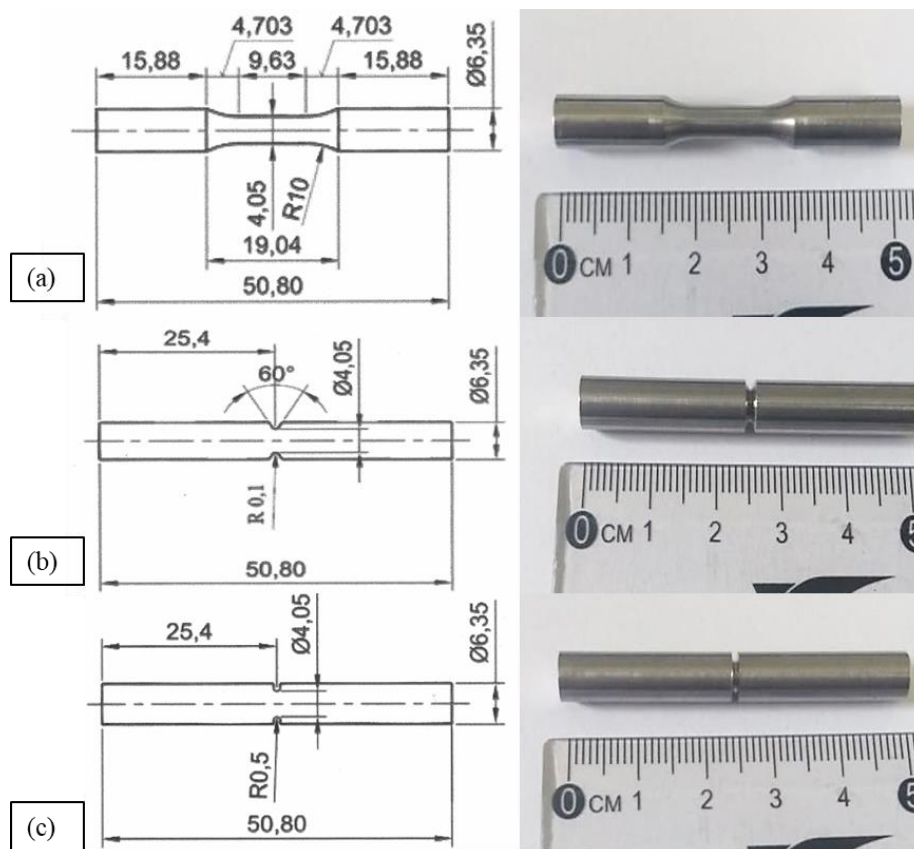
Elemento químico	Ti	Fe	C	N	O	H
(%) peso	Balanço	0,04	0,01	0,02	0,06	0,001

Fonte: Realum Indústria e Comércio de Metais Puros e Ligas Ltda, 2019.

Os corpos de prova confeccionados, para os ensaios de fadiga, são mostrados nas Figura 12 (a), (b) e (c). No intuito de uniformizar a superfície da região central das amostras sem entalhe, estas foram lixadas empregando-se lixas de SiC de 600 e 800 *mesh*, *respectivamente*.

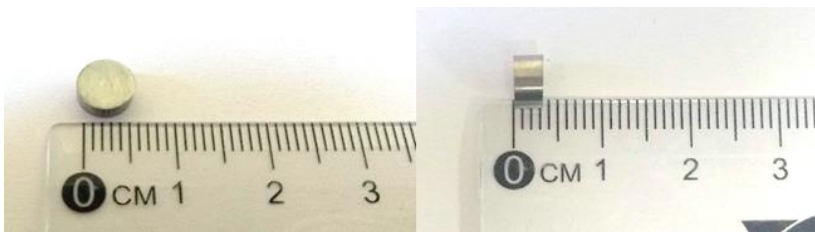
Para levantamento dos parâmetros de processo para a nitretação a laser, amostras foram confeccionadas a partir dos corpos de prova. Para isto, foram seccionados em peças de 3 mm de espessura, utilizando cortadeira metalográfica Buehler Isomet 1000 Precision Saw, com disco de 4” de SiC, conforme a Figura 13, e levadas ao ultrassom, por 10 min, imersas em álcool etílico, a fim de que fossem removidas as impurezas presentes nas superfícies das amostras.

Figura 12- Corpos de prova confeccionados para os ensaios de fadiga. (a) Amostra sem entalhe; (b) Amostra com entalhe em U; (c) Amostra com entalhe em V.



Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 13- Corpos de prova utilizados para a nitretação a laser.

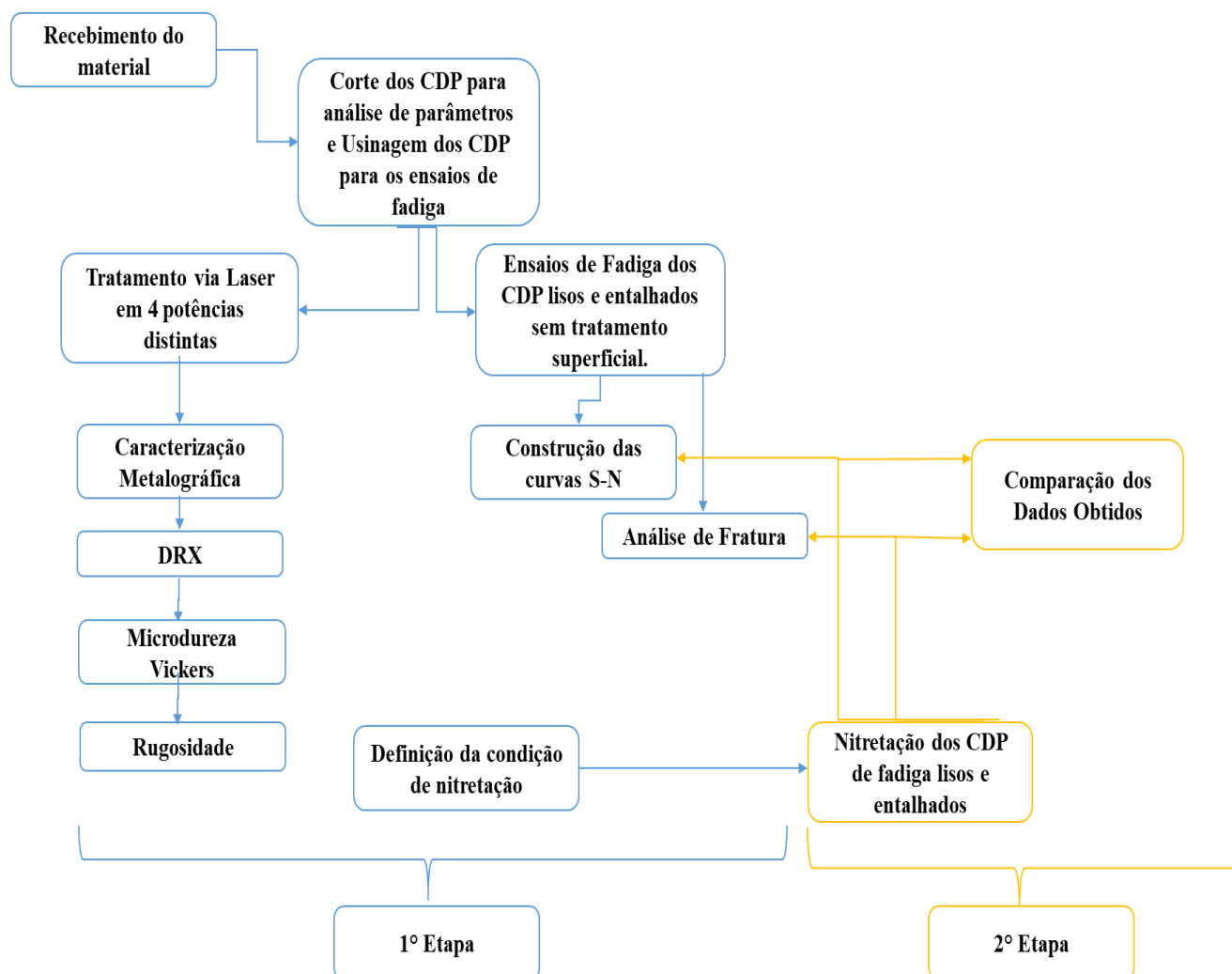


Fonte: Arquivo pessoal.

4.2 Métodos

Na Figura 14, apresenta-se o fluxograma representativo das metodologias de análise adotadas neste trabalho.

Figura 14- Fluxograma representativo das etapas realizadas para a execução deste projeto.



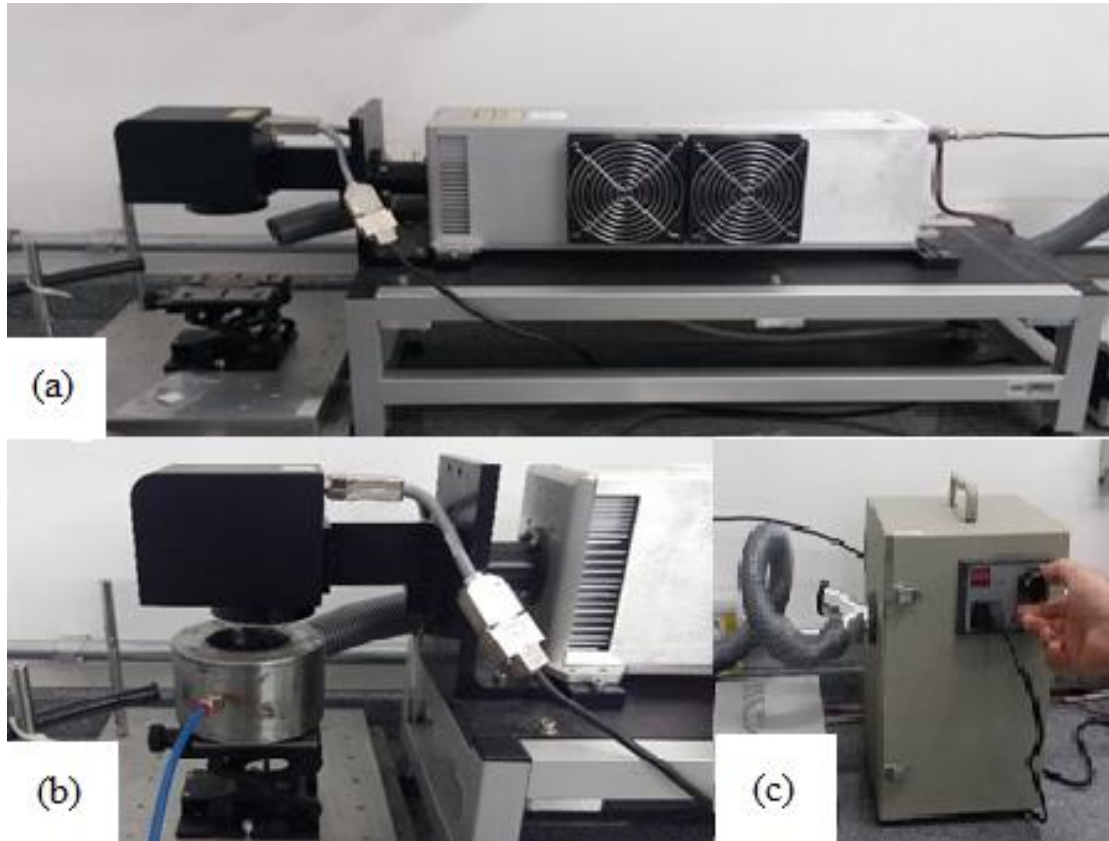
Fonte: Arquivo pessoal.

4.2.1 Definição dos parâmetros do laser para a nitretação

O equipamento empregado no tratamento termoquímico de nitretação foi o laser de CO₂, da marca Synrad, modelo Ti100 series, conforme a Figura 15 (a), (b) e (c), comprimento de onda de radiação 10,6 μm, qualidade do feixe M² < 1,2, e cabeçote de deflexão (*scan-head*), da marca Raylase, modelo MS-II-14, com lente de focalização de 100 mm, e diâmetro focal da ordem de 160 μm. No processo de nitretação, um sistema para manter o fluxo de gás nitrogênio sobre a superfície foi empregado, sendo o gás utilizado 99,999% de pureza à uma pressão de 2 bar. O sistema acoplado ao equipamento, para controle dos parâmetros de processo, foi o *software Winlase Professional*. O equipamento faz parte do Laboratório ProLaser, do ICT-UNIFESP, em São José dos Campos. As

condições testadas, assim como suas respectivas identificações, encontram-se dispostas na Tabela 6.

Figura 15- (a) Laser de CO₂, marca Synrad, modelo Ti100 series. Laboratório ProLaser- Unifesp; (b) Cabeçote de deflexão e o sistema de gás; (c) Sistema de sucção de particulados.



Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 6 - Condições de processamento com laser de CO₂.

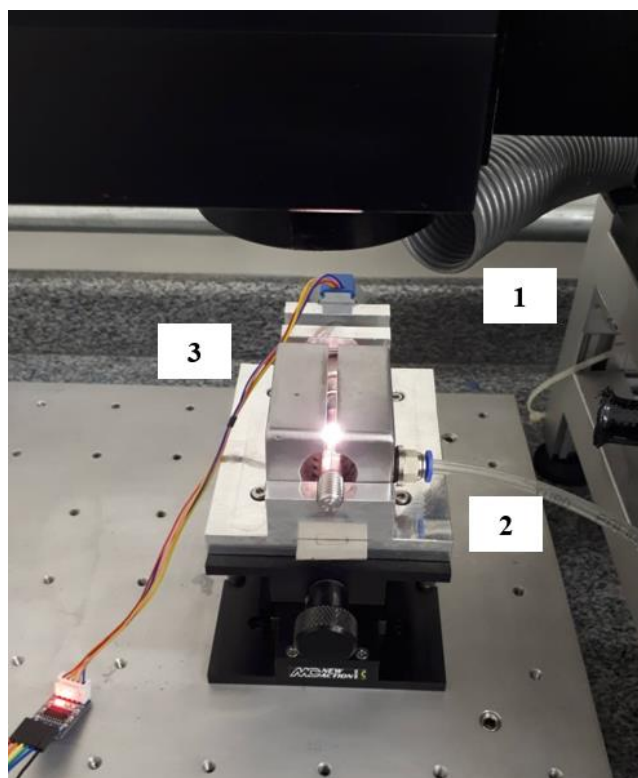
Amostra	Potência (W)	Velocidade (mm/s)	Intensidade (kW/Wcm²)	Tempo de interação (s)
P100V30	100	30	500	182,5
P80V30	80		400	
P70V30	70		350	
P60V30	60		300	

Fonte: Arquivo pessoal.

Após a seleção dos parâmetros ótimos de processo dentre os exibidos na Tabela 6, foi escolhido o conjunto de parâmetros correspondente a P100V30 para prosseguimento do estudo, visando a nitretação dos corpos de prova para ensaio de fadiga. Assim, um suporte

empregado para fixação do corpo de prova de fadiga, a fim de garantir que toda a fosse irradiada com o feixe de laser, além de promover uma adequada e abrangente atmosfera de nitrogênio sobre a superfície do material, conforme a Figura 16. Para isso, a pressão do gás foi mantida em 2 bar.

Figura 16- Suporte para a nitretação dos corpos-de-prova submetidos ao ensaio de fadiga. (1) Sistema de sucção do gás; (2) Fornecimento de Nitrogênio. (3) Suporte da amostra.



Fonte: Arquivo pessoal.

4.2.2 Caracterização Metalográfica

Para as caracterizações microestrutural e mecânica das amostras tratadas e não tratadas, estas foram submetidas aos procedimentos usuais de preparação metalográfica que incluem seccionamento, embutimento, lixamento, polimento e ataque químico. O embutimento foi realizado à quente em resina fenólica (baquelite), em uma embutidora modelo Pré 40 Mi da Arotec Indústria e Comércio Ltda. Já o lixamento, em lixadeira semiautomática da Arotec Indústria e comércio Ltda, modelo Aropol dupla 2V, em lixas d'água à base de SiC, com granulometria de 500, 600, 800, 1000, 1200 e 2400 *mesh*, sucessivamente. Seguindo o procedimento padrão de lixamento, a cada troca de lixa as amostras foram rotacionadas 90°.

Para o polimento, foi utilizada a politriz automática modelo LECO modelo Spectrum System 1000, na rotação de 600 rpm, com o pano de polimento MD-Chem, este procedimento foi realizado em duas etapas e com dois agentes de polimento. A primeira etapa com uma suspensão de sílica coloidal 0,05 μm , da marca Allied (OP-S), para eliminar os riscos mais grosseiros, seguido de um polimento químico com uma solução de 86,2% de OP-S, 13,3% de H_2O_2 , 0,3% de HNO_3 e 0,2% de HF. Por fim, para revelar os grãos das amostras, foi empregado o ataque Kroll (1% HF, 4% HNO_3 e 100 ml de água destilada). Nessa etapa, a amostra foi imersa na solução, com a face voltada para baixo, de 3 em 3 segundos até que fossem atingidos 21 segundos. Todos os equipamentos utilizados encontram-se na Escola de Engenharia de Lorena – USP.

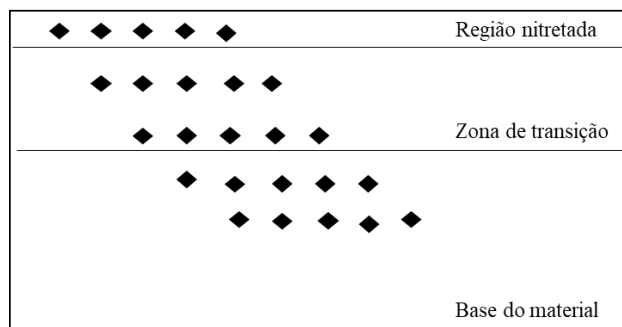
4.2.3 Caracterização por difratometria de raio-X

A caracterização por difratometria de raio-X foi realizada para as amostras como recebidas (substrato) e amostras nitretadas. Para esta caracterização, foi considerada parte da amostra seccionada anteriormente e não embutida. Os parâmetros utilizados foram: radiação de Mo- $K\alpha$, ângulo inicial de 10° e final de 90° , passo de $0,02^\circ$ e tempo de 50 s em cada passo. O difratômetro utilizado encontra-se na Escola de Engenharia de Lorena – USP, da marca do modelo XRD 6000 da marca Shimadzu. Os picos referentes às fases presentes foram identificados com o auxílio do *software HighScore* e da base de dados ICSD. Já os planos cristalinos foram identificados por meio do *software PowderCell*.

4.2.4 Ensaio de microdureza Vickers

As medidas de dureza Vickers foram obtidas por meio do microdurômetro Buehler, modelo Micromet 2004 – Microhardness Tester, disponível na Escola de Engenharia de Lorena – USP. As indentações foram realizadas com carga de 50 gf, durante 15 s, ao longo da seção transversal das amostras padrão e tratadas termicamente. No caso dos parâmetros de nitretação a laser testados, as indentações foram realizadas ao longo de três regiões apresentadas no esquema ilustrativo abaixo, correspondente a Figura 17.

Figura 17- Esquema ilustrativo das indentações realizadas nas amostras tratadas e não tratadas.

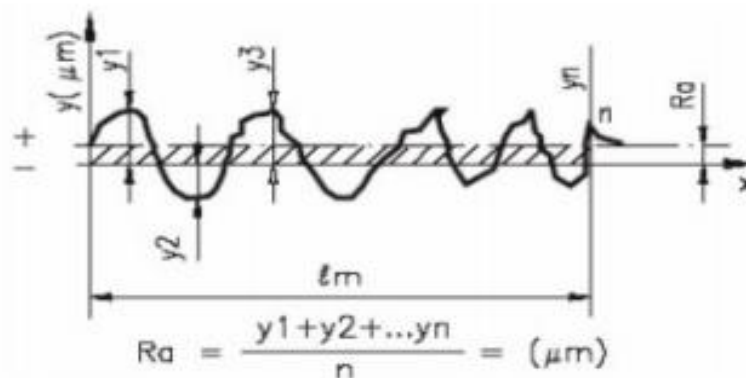


Fonte: Arquivo pessoal.

4.2.5 Análise de rugosidade

Para a análise de rugosidade, antes e depois do tratamento a laser, foi utilizado o Rugosímetro Taylor Robson PGI 1000 com mesa xy acoplada. A leitura foi realizada em uma área de 2mm x 2mm para cada amostra, com 21 linhas paralelas, no sentido perpendicular às ranhuras introduzidas pelo laser. O parâmetro utilizado para análise foi a rugosidade média, Ra, ou seja, a média aritmética dos valores absolutos das ordenadas de afastamento do eixo y, relacionados com o perfil de rugosidade da linha média, conforme a Figura 18. O equipamento encontra-se instalado no Laboratório de Medições de Superfícies ópticas – LMSO, no Instituto de Estudos Avançados do DCTA, em São José dos Campos.

Figura 18- Representação gráfica do parâmetro Ra.



Fonte: NBR ISO4287,2002.

4.2.6 Aquisição das imagens

As imagens das amostras foram obtidas via microscopias óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV). Para a caracterização microestrutural, via MO, foi utilizado o microscópio da marca Olympus modelo BX51M, instalado no Departamento de Engenharia de Materiais da EEL-USP, com câmera instalada, da marca evolution LC color, e *software* de aquisição Analysis. Foram utilizadas as ampliações de 50, 100, 200, 500 e 1000 vezes, aleatoriamente em diversos pontos da superfície no intuito de analisar a microestrutura do metal em toda a sua superfície. O tamanho médio de grão foi estimado com o auxílio do *software Image J*. Já as imagens de superfície de fratura e da camada formada após o tratamento a laser foram obtidas via MEV, com ampliações entre 50 e 3000 vezes, no equipamento da marca Jeol modelo JFM6360, também instalado na EEL-USP.

4.2.7 Ensaios de fadiga por flexão rotativa

Os ensaios de flexão rotativa ($R = -1$) foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia de Materiais, na EEL-USP, por meio do equipamento Fatigue Dynamics, modelo RBF-200, conforme a Figura 19. A frequência mantida durante os ensaios variou entre 20 e 30 Hz, de maneira a provocar a menor vibração possível nas amostras. Antes dos ensaios, os corpos de prova tiveram suas medidas conferidas através do projetor de perfis Modelo Pantec DP-100. LOM-EEL/USP, com lente de ampliação de 100 vezes, instalado no mesmo laboratório.

Figura 19 - Equipamento utilizado nos ensaios de fadiga por flexão rotativa. Fatigue Dynamics, modelo RBF-200.



Fonte: Arquivo pessoal.

4.2.8 Análise dos dados de fadiga

Os resultados obtidos no ensaio de fadiga por flexão rotativa foram analisados a partir da construção das curvas $S-N$, onde a variável dependente escolhida foi a vida em fadiga (Número de ciclos) e a distribuição log-normal. Foram utilizados os softwares Origin® 8 e Minitab® 15. O primeiro para que as curvas fossem plotadas e o segundo para aplicar o Método da Máxima Verossimilhança, como forma de incorporar os *runouts*. Já os valores de variância dos resultados foram obtidos através da Equação 10, onde n é o número de pontos experimentais, Y_{exp} corresponde ao valor experimental da vida em fadiga e Y_{calc} é o valor esperado para a vida em fadiga de acordo com o método adotado (ASTM, 2010).

$$d^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (Y_{exp} - Y_{calc})^2}{k-2} \quad (10)$$

4.2.9 Estudo da sensibilidade ao entalhe

Os valores de Kt referentes aos corpos de prova entalhados foram calculados com base nas equações apresentadas nas Tabelas 3 e 4, de acordo com os seus respectivos entalhes. O raio (r') considerado foi de aproximadamente 0,1 mm ($0,1371 \pm 0,00817$ mm), ângulo de 60° , diâmetro do corpo de prova (D) de 6,35mm, diâmetro na posição do entalhe (D') de 4,05mm, onde $h = D - D'$, para o entalhe em V.

Para os corpos de prova com entalhe em U, foram considerados raio de aproximadamente 0,5 mm ($0,435607 \pm 0,022587$), com diâmetro do corpo de prova (D) de 6,35mm, diâmetro na posição do entalhe (D') de 4,05mm e $h = \frac{D-d}{2}$.

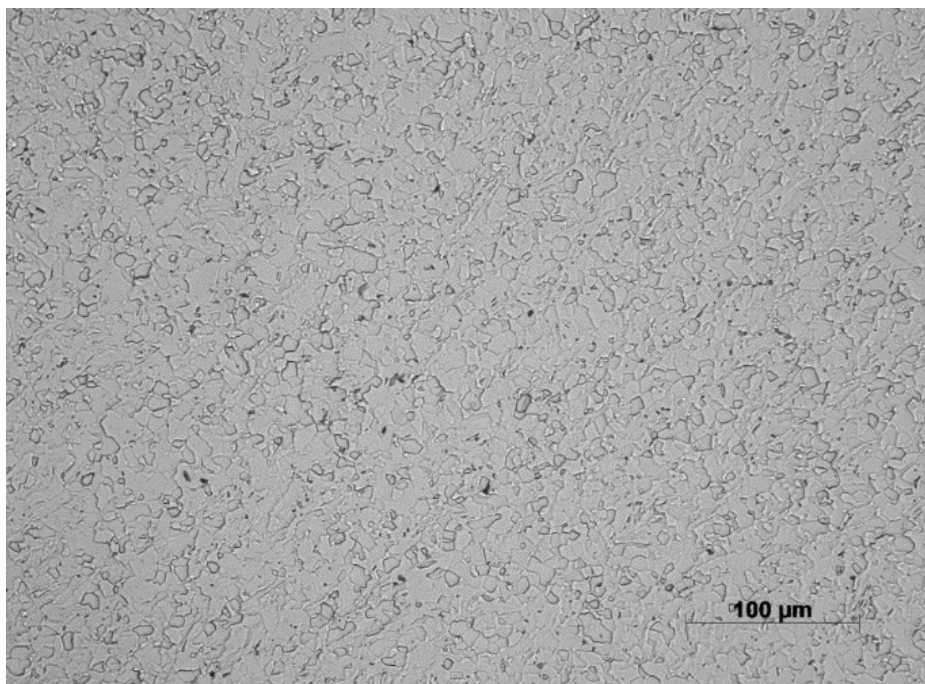
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Caracterização metalográfica

5.1.1 Amostra sem tratamento (padrão)

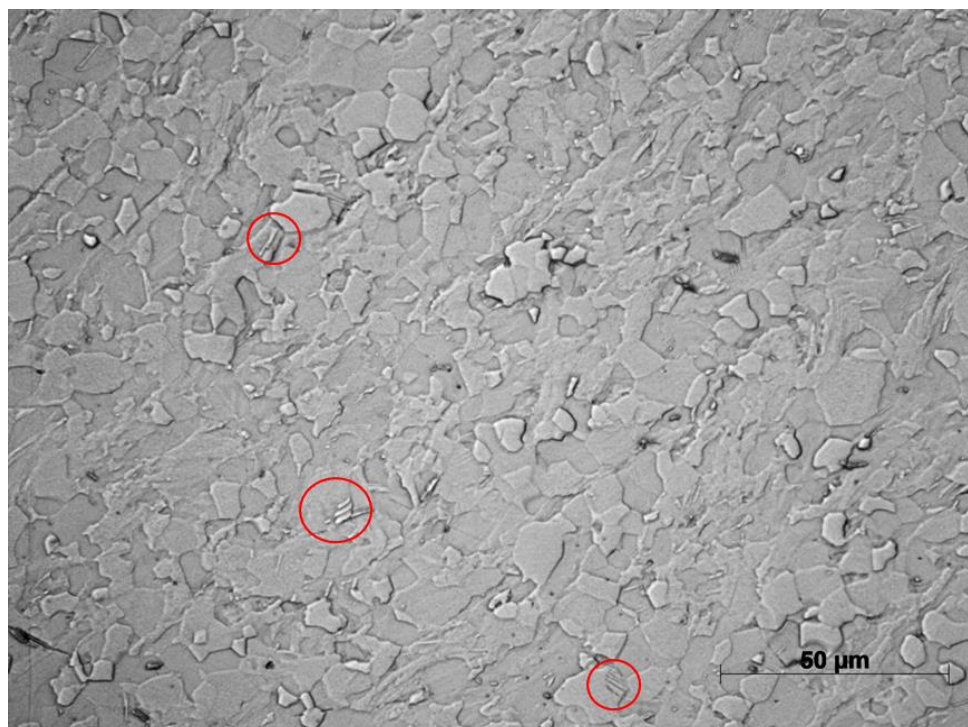
Nas Figura 20 e Figura 21 pode-se observar a microestrutura apresentada pela amostra recebida, sem tratamento superficial. Com relação ao tamanho médio do grão, a amostra sem tratamento apresentou grãos de aproximadamente 10,44 μm , um valor próximo aos encontrados por Palma (2016), Eftekhari *et al.* (2017) e Bosh *et al.* (2019) assim como a microestrutura encontrada por esses autores para o titânio comercialmente puro.

Figura 20 - Microestrutura da amostra de titânio grau 2 como recebida, sem tratamento superficial, no microscópio óptico com ampliação de 200x



Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 21 - Microestrutura da amostra de titânio grau 2 como recebida, sem tratamento superficial, no microscópio óptico com ampliação de 500x.



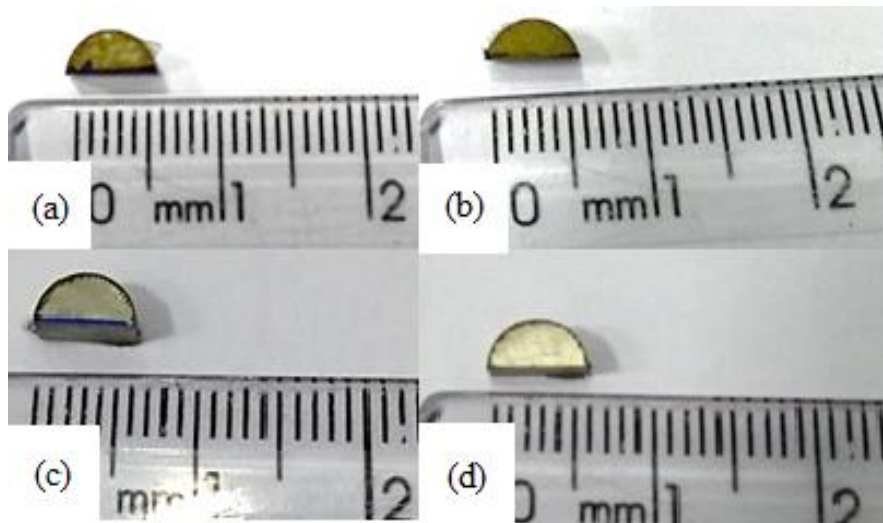
Fonte: Arquivo pessoal.

Com base nas imagens obtidas, observa-se a presença de grãos equiaxiais com predominância da fase α e a presença de maclas (destacado em vermelho na Figura 21). As maclas em materiais com estrutura hexagonal compacta funcionam como um modo de deformação alternativo quando estes são submetidos a esforços mecânicos ou processos de trefilação a frio como as amostras deste trabalho e como observado por Panda *et al.* (2014) e Livescu *et al.* (2019).

5.1.2 Amostras nitretadas a laser

As amostras submetidas ao tratamento superficial de nitretação encontram-se dispostas nas Figura 22 (a), (b), (c) e (d), conforme os parâmetros selecionados, apresentados na Tabela 6. Nota-se que as amostras P100V30, potência de 100W e velocidade de 30 mm/s, e P80V30, potência de 80W e velocidade de 30 mm/s, apresentaram coloração dourada, o que indica a possível formação de nitretos. Entretanto, nas condições de baixa potência essa coloração não está presente.

Figura 22 - Amostras nitretadas. (a) P100V30; (b) P80V30; (c) P70V30 e (d) P60V30.

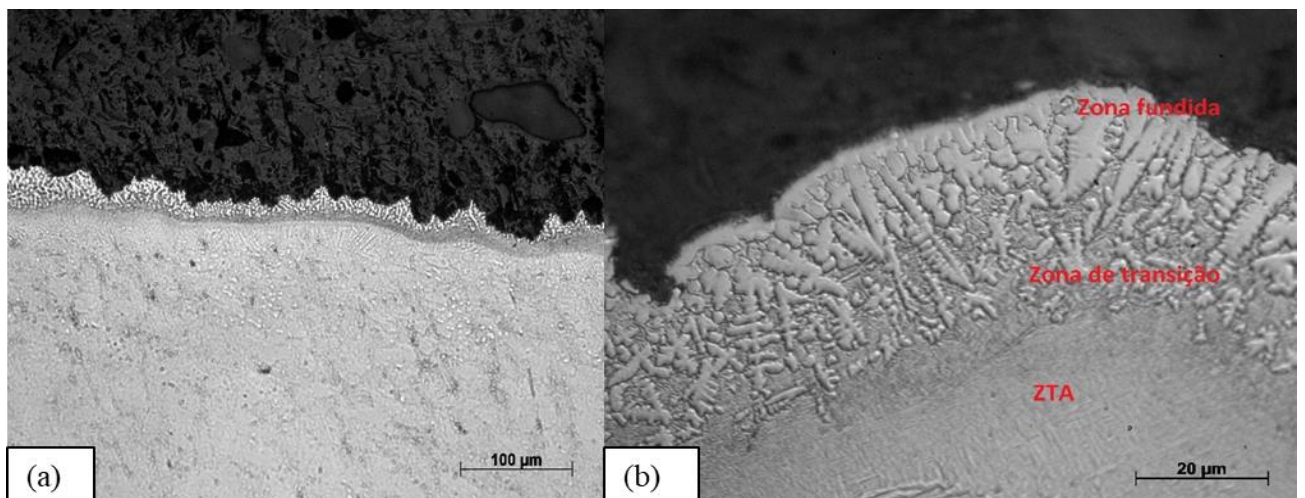


Fonte: Arquivo pessoal.

Nas Figura 23 de (a) até (f) estão expostas as microestruturas obtidas, das seções transversais das amostras, após a nitretação a laser com base nos parâmetros definidos anteriormente.

Figura 23 - Microestrutura da amostra de titânio grau 2 nitretadas a laser. (a) P100V30 com ampliação de 200X; (b) P100V30 com ampliação de 1000X; (c) P80V30 com ampliação de 100X; (d) P80V30 com ampliação de 1000X; (e) P70V30 com ampliação de 1000X; (f) P60V30 com ampliação de 500X.

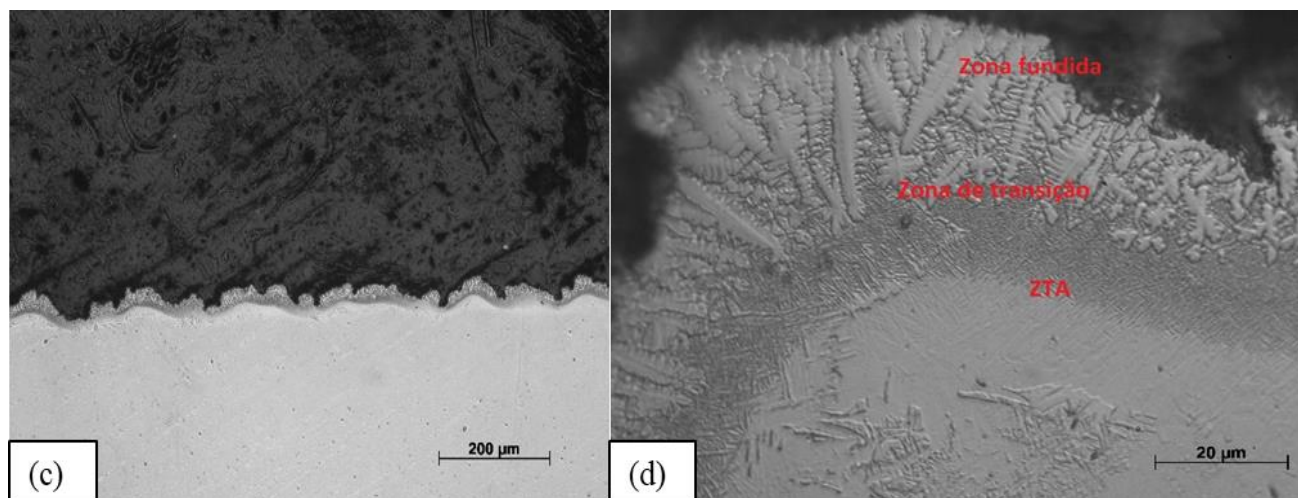
Amostra P100V30



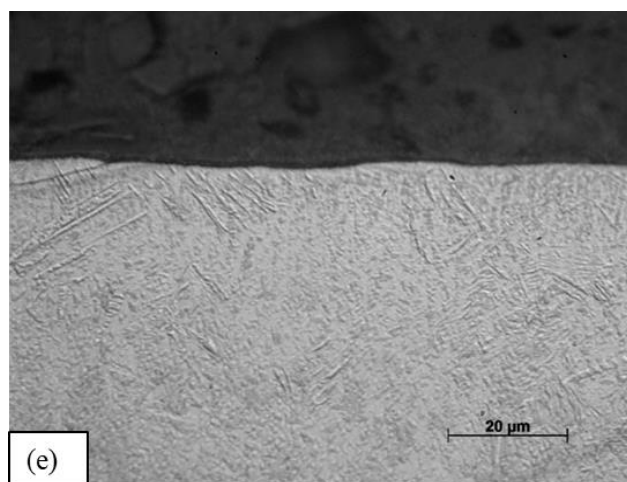
Continua.

Conclusão.

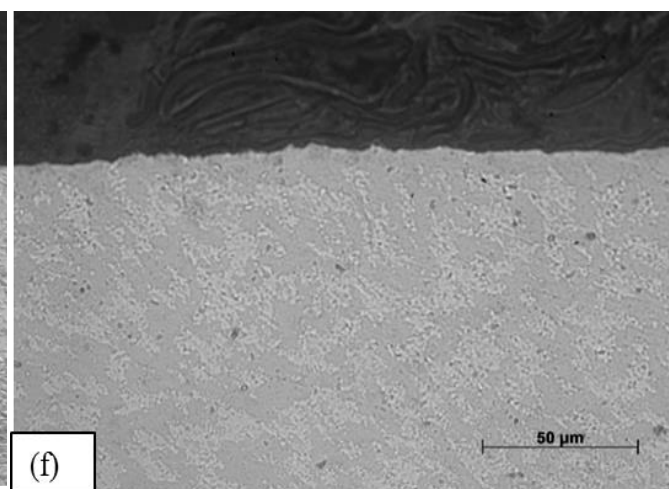
Amostra P80V30



Amostra P70V30



Amostra P60V30



Fonte: Arquivo pessoal.

Observa-se que as condições P100V30 e P80V30, potências de 100 e 80 W, respectivamente, apresentaram as maiores alterações microestruturais em sua superfície, com a formação de dendritas, possivelmente composta por nitretos de titânio. Também se observa a formação de grãos martensíticos. Foi possível mensurar uma pequena camada de nitretos nas condições de potência 100 W e 80 W, de 2,14 μm e 2,12 μm , respectivamente.

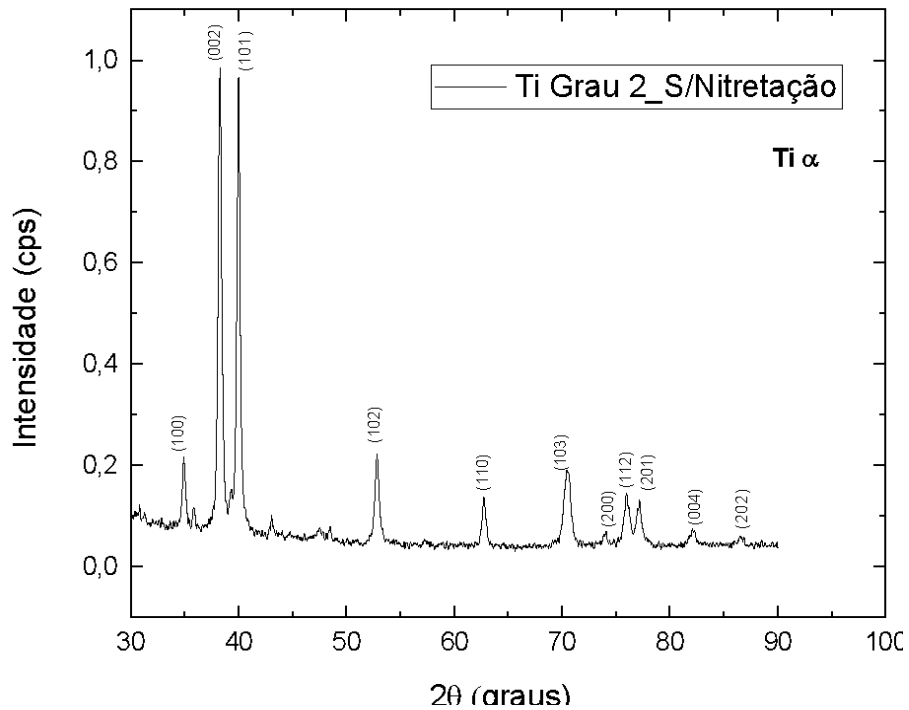
As alterações microestruturais observadas são compatíveis com os relatos de Kamat *et al.* (2016) e Dai e Hou (2009). De acordo com os autores, a composição da microestrutura das camadas após a nitretação via laser apresenta três principais regiões, a primeira representada pelas regiões identificadas como a zona fundida (*Melted Zone*), constituída principalmente por dendritas de TiN, que reduzem sua espessura à medida que coalescem, ou seja, apresentam a base mais larga e afinam com a profundidade, em virtude principalmente da redução de nitrogênio disponível e pelo gradiente de temperatura. Abaixo, tem-se a zona de transição, com estruturas em formato de agulhas, possivelmente constituídas de TiN_x e solução sólida de Ti(N). Por fim, a zona termicamente afetada (ZTA- zona termicamente afetada), onde a temperatura ultrapassa a temperatura de transformação de fase e a microestrutura apresentada é composta por agulhas de Ti, em função da elevada taxa de resfriamento inerente ao processamento à laser (KAMAT; COPLEY; TODD, 2016; DAI; HOU, 2009).

Nas condições de menor potência, sendo 70 e 60 W (P70V30 e P60V30) não foi possível observar a formação das regiões descritas acima. Para as condições de menor potência, justifica-se a microestrutura observada por conta de uma possível ineficiência de energia fornecida a superfície do titânio, não possibilitando larga difusão do nitrogênio. Zeng *et al.* (2020), também relataram um comportamento semelhante em amostras de titânio grau 2, em condições que as velocidades e intensidades não foram favoráveis para que o efeito de convecção ocorresse e que o N₂, presente na atmosfera de trabalho fosse capaz de formar nitretos (ZENG *et al.*, 2020). Na condição P70V30, apesar do tempo de interação entre o feixe e o material serem iguais para todas as condições, a intensidade foi reduzida em aproximadamente 60% da obtida nas condições P100V30 e P80V30. Todavia, é notória uma pequena mudança microestrutural apresentando formato de agulhas. Na condição P60V30, o material não apresentou mudanças microestruturais significativas e, aparentemente, não houve formação de nitretos, o que pode ser justificado por duas possibilidades, a primeira por um comportamento similar ao caso anterior ou em função da amostra não estar posicionada adequada no foco do feixe. Nesse caso, a interação entre o feixe, gás e amostra não é eficiente e as alterações microestruturais não são evidenciadas (KAMAT *et al.*, 2019).

5.2 Caracterização por difratometria de raio-X

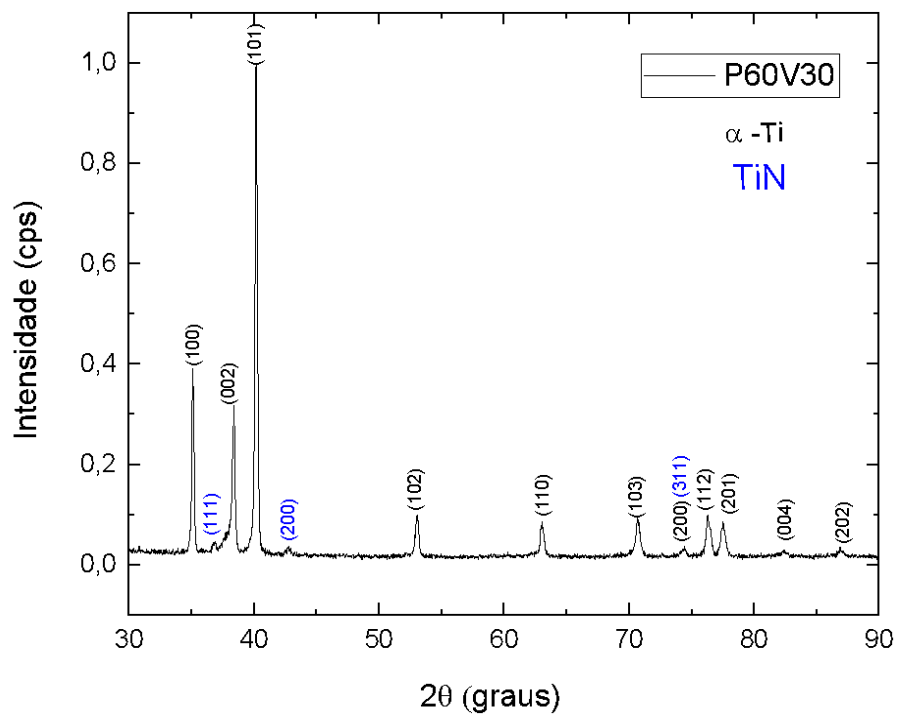
Nas Figura 24 a Figura 28 são apresentados os difratogramas obtidos por difratometria de raios-X da amostra padrão e dos parâmetros de processo do laser.

Figura 24 - Difratograma de raios-X da amostra de Ti Grau 2, sem nitretação a laser.



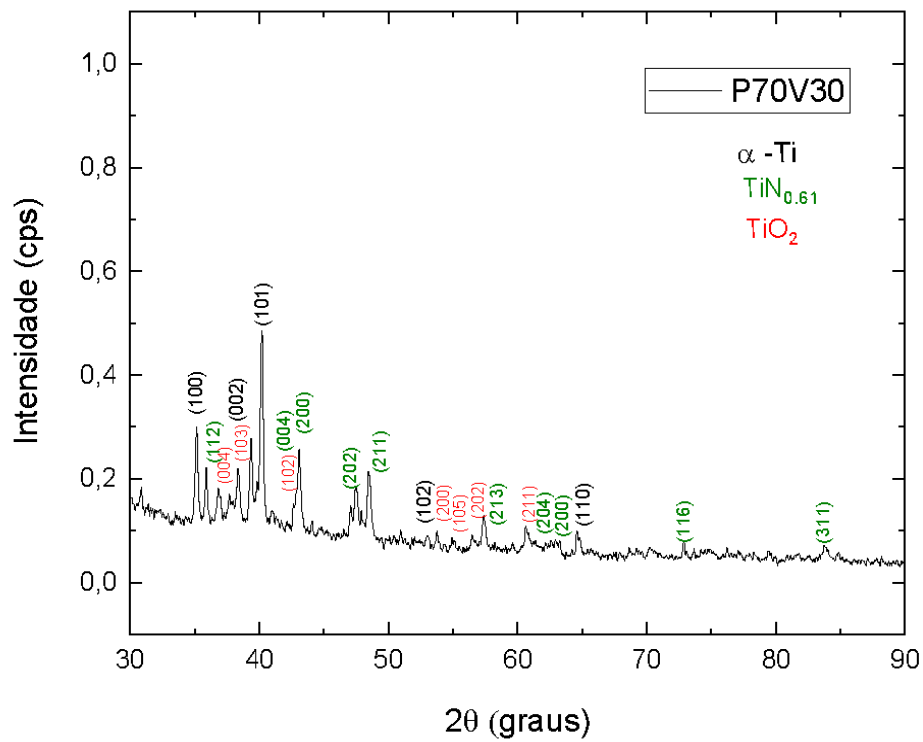
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 25 - Difratograma de raios-X da amostra P60V30.



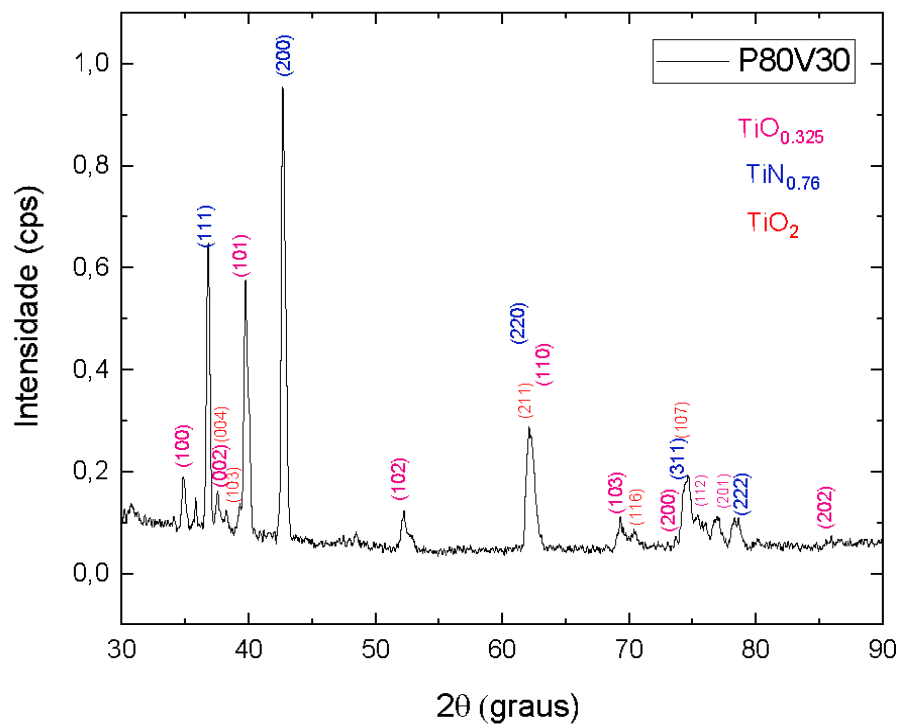
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 26 - Difratoograma de raios-X da amostra P70V30.



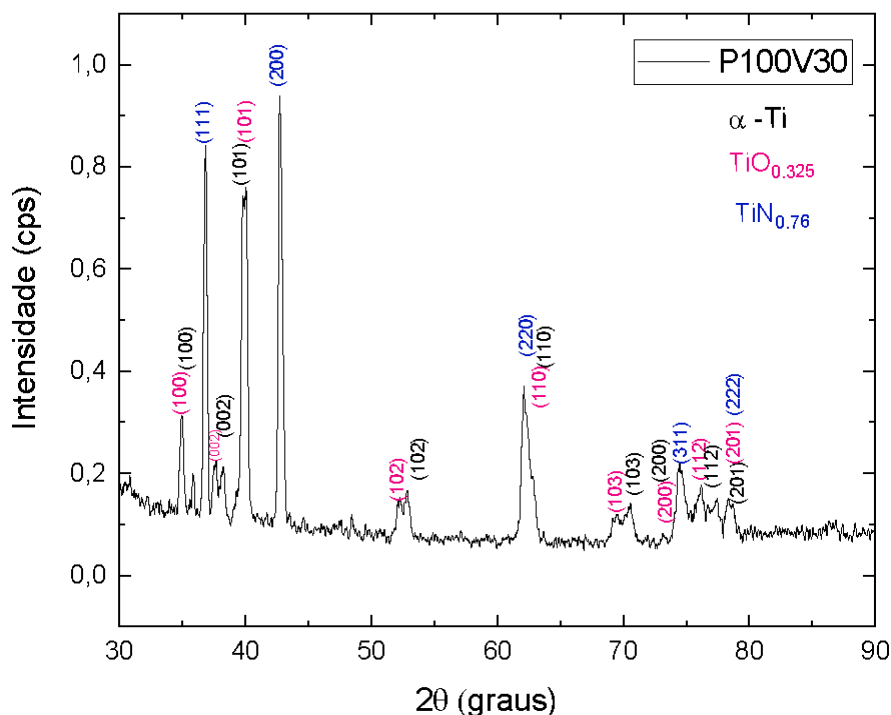
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 27 - Difratoograma de raios-X da amostra P80V30.



Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 28 - Difratograma de raios-X da amostra P100V30.



Fonte: Arquivo pessoal.

De acordo com os resultados apresentados, para a amostra de titânio grau 2 sem a nitretação, foram identificados picos referentes a estrutura hexagonal compacta, α -Ti, com destaque para os picos de maior intensidade em $2\theta = 34,9$, $2\theta = 38,22$, $2\theta = 39,94$ e níveis de energia de 1244 cps, 1411 cps e 1497, referentes aos planos (100), (002) e (101), respectivamente. Para a amostra P60V30, potência de 60 W, os picos relativos à presença de nitretos (TiN) não estão muito pronunciados, o que mostra uma quantidade mínima desse composto. Os picos de maiores intensidades são referentes à fase α -Ti, com estrutura hexagonal compacta.

Com relação às demais potências de laser empregadas, observou-se a formação de TiN_x não estequiométrico. Segundo Dai e Hou (2009), o teor de nitrogênio tende a ser reduzido com a profundidade e que diferentes taxas da razão N/Ti, assim como os diferentes parâmetros do laser, podem levar a variações de TiN_x . Nesse sentido, para a condição P70V30, potência de 70 W, foram identificados picos com baixa intensidade de $\text{TiN}_{0,61}$, com estrutura cristalina tetragonal. Já para as amostras P80V30 e P100V30 (80 W e 100 W, respectivamente) foi identificada a presença de $\text{TiN}_{0,76}$, com estrutura cristalina cúbica e crescimento preferencial nos planos (111) e (002), em ambas as amostras. Wang *et al.* (2019), ao realizarem a nitretação via laser em amostras de titânio

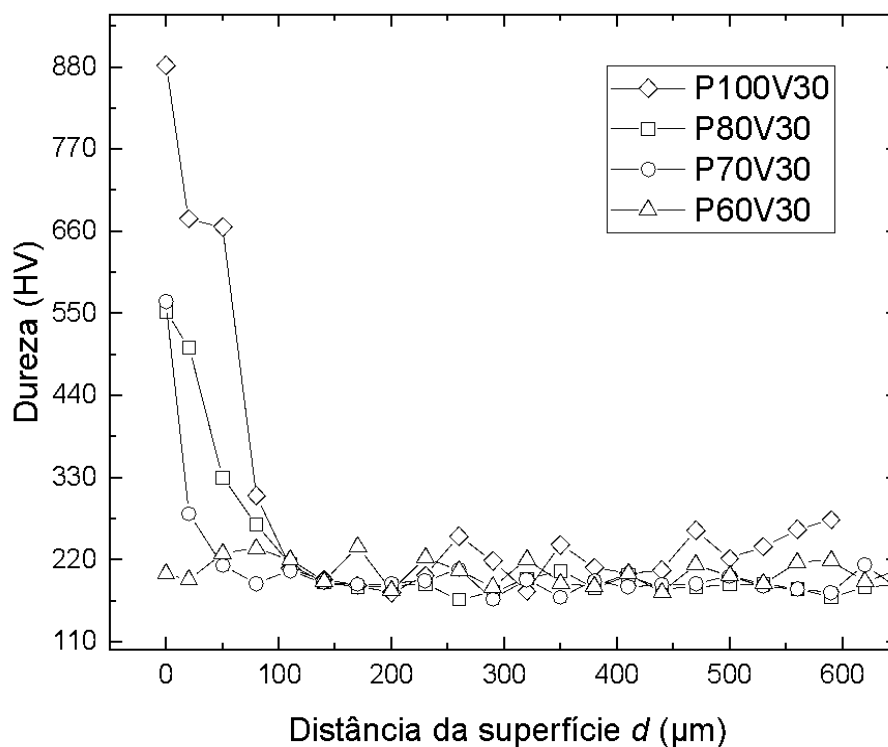
relataram a crescimento tanto do TiN quanto $TiN_{0.3}$. Os autores afirmam que o crescimento da fase não estequiométrica também pode ser associada ao fornecimento insuficiente de nitrogênio. Outro ponto que deve ser levado em consideração é a velocidade de solidificação, uma vez que durante a nitretação a laser a superfície da amostra de titânio primeiramente é fundida, em seguida, ocorre a dissociação do nitrogênio e este reage com o titânio para formar o composto TiN. Como a solidificação ocorre rapidamente e fora do equilíbrio, dessa maneira a estequiometria do TiN não é completada em regiões mais profundas do substrato (DAI; HOU, 2009; WANG *et al.*, 2019; CHAN *et al.*, 2017). Em outro estudo mais recente, elaborado por Zeng *et al.* (2020) também descrevem a presença de TiN não-estequiométrico, $TiN_{0.26}$, em suas amostras submetidas a tratamento superficial via laser. Os autores também indicam que a redução dos picos referentes aos nitretos pode ser associada a velocidade de varredura e a diluição de nitrogênio disponível no meio, o que corrobora o comportamento observado no presente estudo (ZENG *et al.*, 2020).

As amostras P70V30, P80V30 e P100V30 também apresentaram picos relativos à presença de óxidos, TiO_2 e TiO_x para as duas últimas condições. Espera-se que a pressão entre o bico do feixe e a superfície seja suficiente para impedir a entrada de ar durante o processo, porém a presença desses picos indica que houve certa contaminação do ar na região nitretada, especialmente em condições de maior variação de temperatura. Nesse sentido, uma vez que a energia para a formação do TiO_2 é menor do que a energia necessária para a formação do nitreto, quando o O_2 entra em contato com o titânio a formação dos óxidos é favorecida (CHAN *et al.*, 2017).

5.3 Dureza da superfície nitretada

O material base, amostra de titânio grau 2 sem tratamento, apresentou uma dureza Vickers média de 176 ± 10 HV. Para amostras de titânio comercialmente puro os valores de dureza variam entre 140-200 HV, portanto, o valor obtido neste trabalho está de acordo com a classificação do titânio comercialmente puro e valores obtidos por Kim *et al.* (KIM *et al.*, 2019). Com relação às amostras nitretadas, na Figura 29 é apresentado o perfil de dureza nas seções transversais das amostras, desde a borda até o interior do material, conforme a ilustração apresentada na Figura 17.

Figura 29 - Perfil de dureza das amostras nitretadas.



Fonte: Arquivo pessoal.

Com base no diagrama da Figura 29, observa-se que a dureza tende a ser maior quanto maior o valor de potência do laser empregado no processamento. A amostra P100V30, submetida a uma nitretação com 100 W de potência, é a que apresenta o maior de dureza em sua borda, 882 ± 37 HV, o que representa um aumento de 80%, se comparado ao valor padrão (sem tratamento). Em seguida, as amostras P80V30 e P70V30 (potências de 80 W e 70 W), com valores de dureza de 553 ± 56 HV e 566 ± 61 HV, respectivamente, e por fim P60V30 (potência de 60 W) com 202 ± 25 HV. Segundo Chan *et al.* (2017), o aumento de dureza nas camadas nitretadas via laser, depende de dois principais fatores: a fração volumétrica e a orientação cristalográfica das dendritas. Nesse sentido, o aumento mais acentuado de dureza observado na condição de maior potência empregada no processamento, pode ser justificado, uma vez que nesta condição houve um volume maior de dendritas.

El-hossary *et al.* (2015) relataram uma microdureza de 1500 HV para amostras nitretadas via plasma, enquanto Lisiecki *et al.* (2016) relataram valores em torno de 2500 HV para amostras nitretadas a laser. A literatura aponta que a dureza do composto estequiométrico TiN varia de 1800- 2100 HV. Os valores encontrados nesse projeto

mostraram-se relativamente abaixo do esperado, o que indica que a presença de compostos não estequiométricos influenciou fortemente a dureza das amostras analisadas.

5.4 Rugosidade média (Ra)

Os valores de perfil de rugosidade média (Ra), da amostra sem tratamento e as nitretadas são apresentados na Tabela 7.

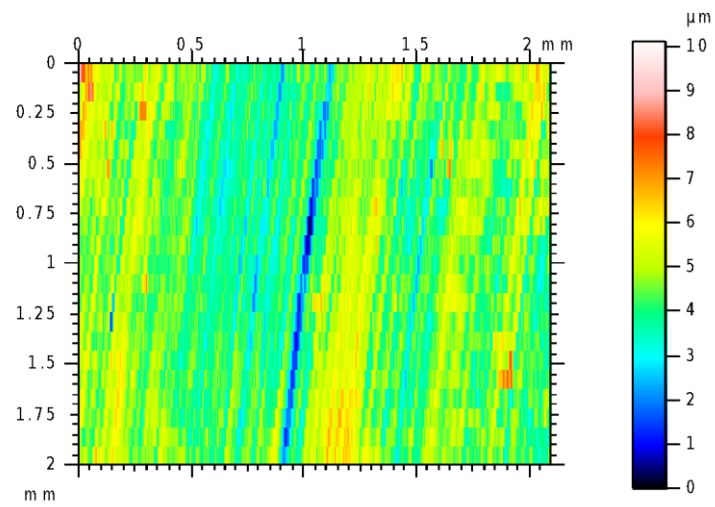
Tabela 7 - Rugosidade média das amostras com e sem tratamento.

Amostra	Rugosidade média (μm)
Ti Grau 2 Sem tratamento	$0,518 \pm 0,728$
P100V30	$8,26 \pm 10,3$
P80V30	$9,99 \pm 11,8$
P70V30	$0,615 \pm 0,799$
P60V30	$0,596 \pm 0,480$

Fonte: Arquivo pessoal.

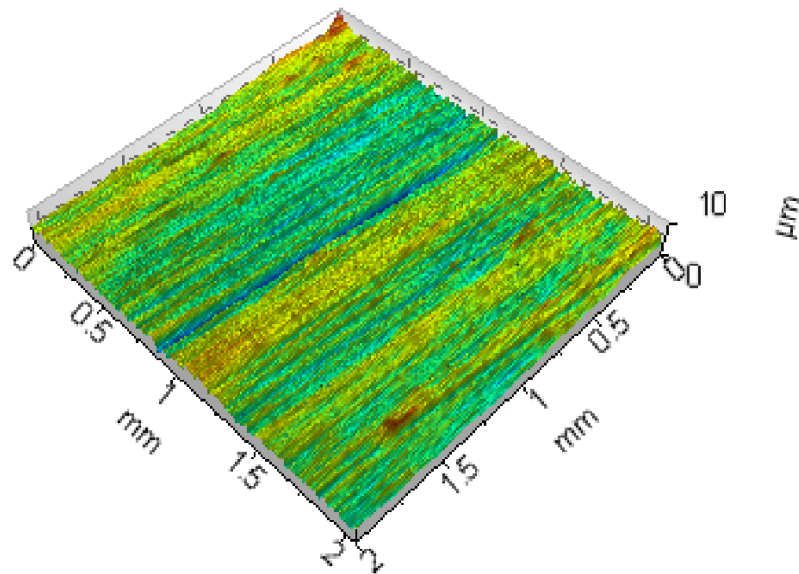
Nas Figura 30 a 39 são apresentadas topografias de todos os parâmetros analisados, incluindo a amostra sem tratamento, definida como padrão.

Figura 30 - Topografia representativa da superfície da amostra sem tratamento, na região central do corpo de prova. Análise em 2D.



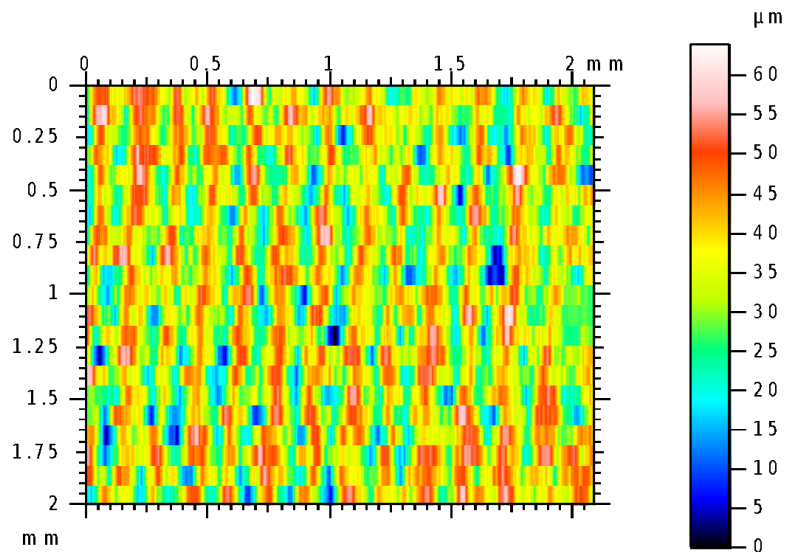
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 31 - Topografia representativa da superfície da amostra sem tratamento, na região central do corpo de prova. Análise em 3D.



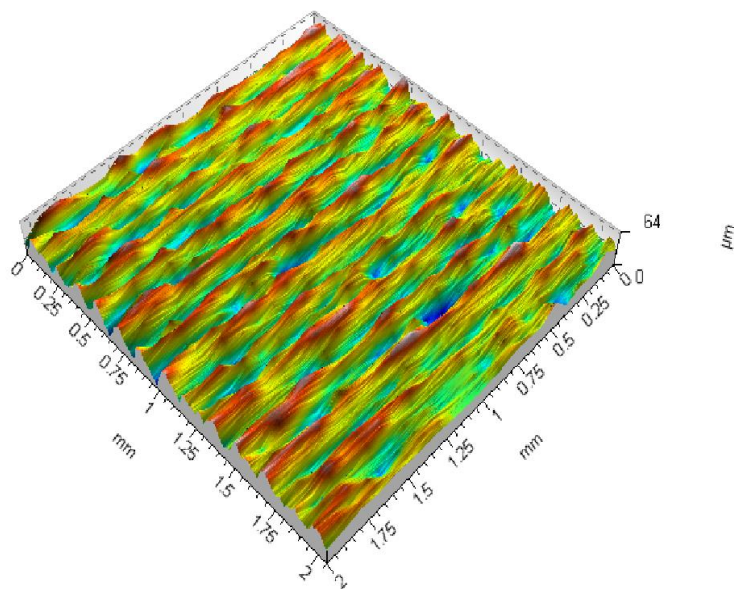
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 32 - Topografia representativa da superfície da amostra P100V30, na região central do corpo de prova. Análise em 2D.



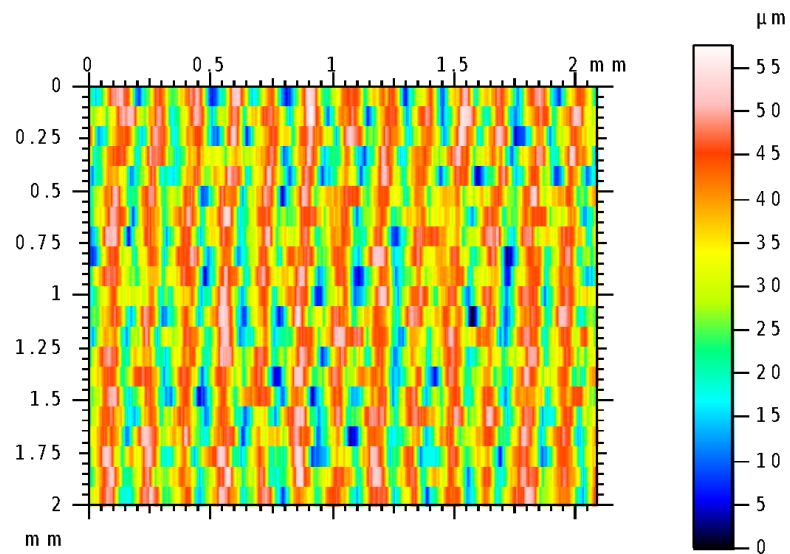
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 33 - Topografia representativa da superfície da amostra P100V30, na região central do corpo de prova. Análise em 3D.



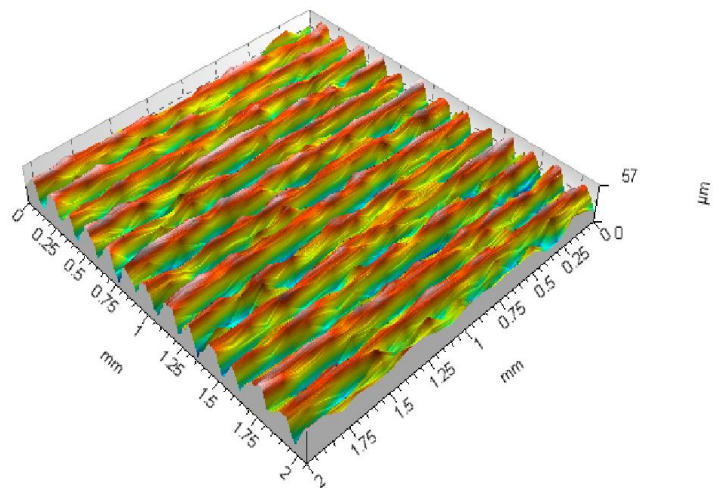
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 34 - Topografia representativa da superfície da amostra P80V30, na região central do corpo de prova. Análise em 2D.



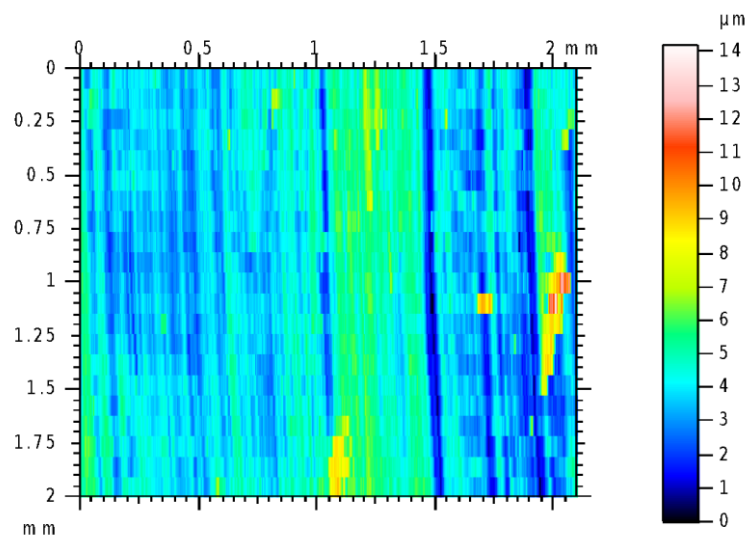
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 35 - Topografia representativa da superfície da amostra P80V30, na região central do corpo de prova. Análise em 3D.



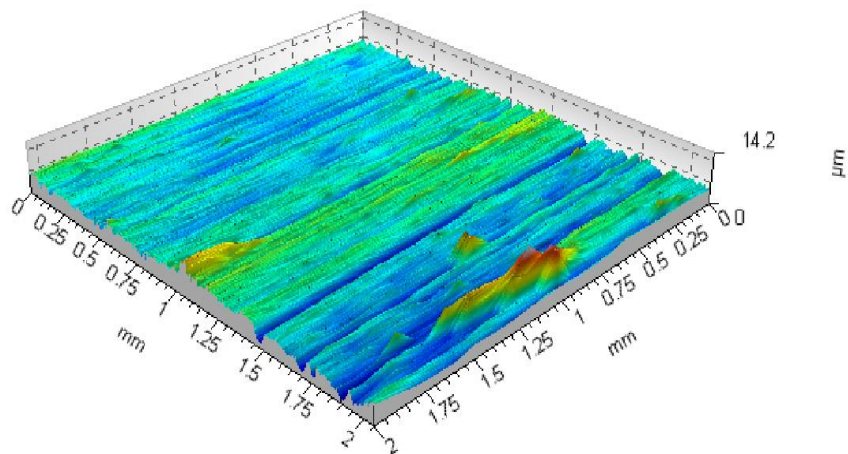
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 36 - Topografia representativa da superfície da amostra P70V30, na região central do corpo de prova. Análise em 2D.



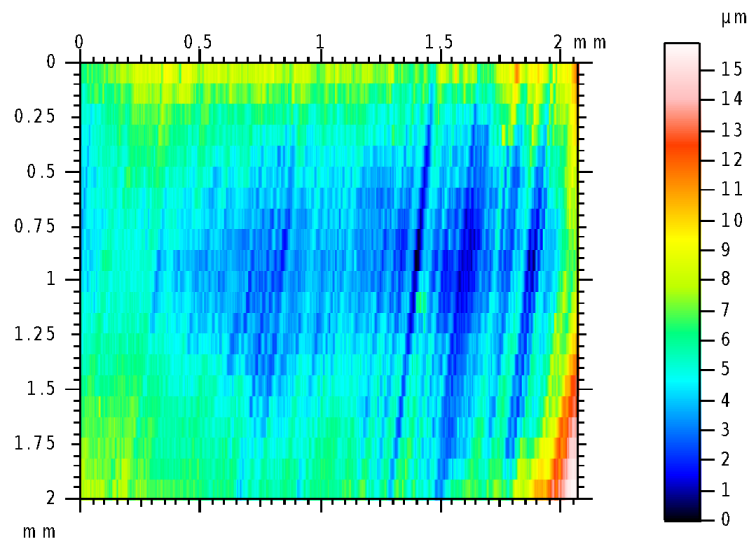
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 37 - Topografia representativa da superfície da amostra P70V30, na região central do corpo de prova. Análise em 3D.



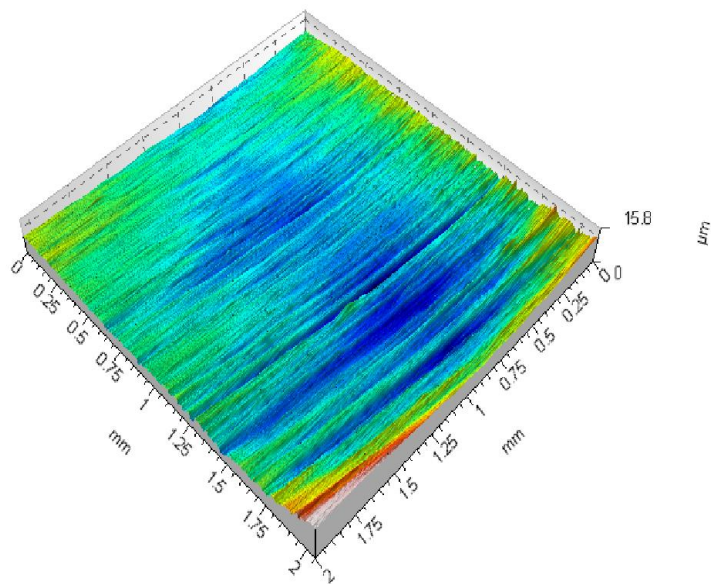
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 38 - Topografia representativa da superfície da amostra P60V30, na região central do corpo de prova. Análise em 2D.



Fonte: Arquivo pessoal

Figura 39 - Topografia representativa da superfície da amostra P60V30, na região central do corpo de prova. Análise em 3D.



Fonte: Arquivo pessoal.

As amostras apresentavam superfícies planas e as medições foram realizadas na região central, numa área de 2 mm x 2 mm, com 21 linhas paralelas. As diferentes tonalidades apresentadas nas análises correspondem à intensidade dos picos e vales presentes na região da superfície, onde os picos se aproximam da coloração vermelha e os vales da coloração azul.

Para a amostra sem tratamento, avaliou-se um perfil de rugosidade, com Ra de 0,518 μm . Pela análise em 3D, nota-se uma certa uniformidade na superfície da peça. Essa amostra foi definida como um padrão para avaliar a mudança na rugosidade das condições obtidas após nitretação a Laser. Ao comparar os valores, observa-se que em maiores potências houve um aumento significativo na rugosidade, com a maior presença de picos e vales.

Para as amostras P100V30 e P80V30, os aumentos significativos nos valores de Ra, em torno de 15 e 19 vezes maior que o valor de rugosidade padrão, respectivamente. Nessas condições também foram observados os maiores valores relativos à dureza, a presença de nitretos de titânio não estequiométrico pelos difratogramas, além de apresentarem cor amarelo ouro descrita na literatura como indicativo da formação de TiN.

Segundo Kamat *et al.* (2016), a irregularidade das camadas nitretadas a laser pode ser associada ao efeito da convecção por Marangoni, um processo convectivo associado ao gradiente térmico formado entre a superfície na amostra e o seu interior. Nesse sentido, conforme mencionado ao longo do texto, para que a nitretação ocorra via laser, a superfície do material é fundida, com isso, forma-se uma poça de fusão de Ti líquido rica do gás fornecido no processo, nesse caso o nitrogênio. A convecção ocorre à medida que o Ti puro do fundo da poça, com temperatura menor, reage com o Ti líquido aquecido. Esse processo permite que mais líquido interaja com o nitrogênio, que será cada vez mais incorporado ao sistema. Dessa maneira, as irregularidades tendem a ser aumentadas com picos ricos em nitrogênio e vales ricos em titânio puro (KAMAT *et al.*, 2016). Ademais, nessas condições, apesar do valor de Ra ser levemente maior na amostra P80V30, potência de 80W, quando comparado ao da amostra P100V30, potência de 100W, com base nas micrografias, análises topográficas e considerando o tamanho reduzido da amostra, essa diferença não foi levada em consideração para a discussão acerca da superfície ideal a ser adotada.

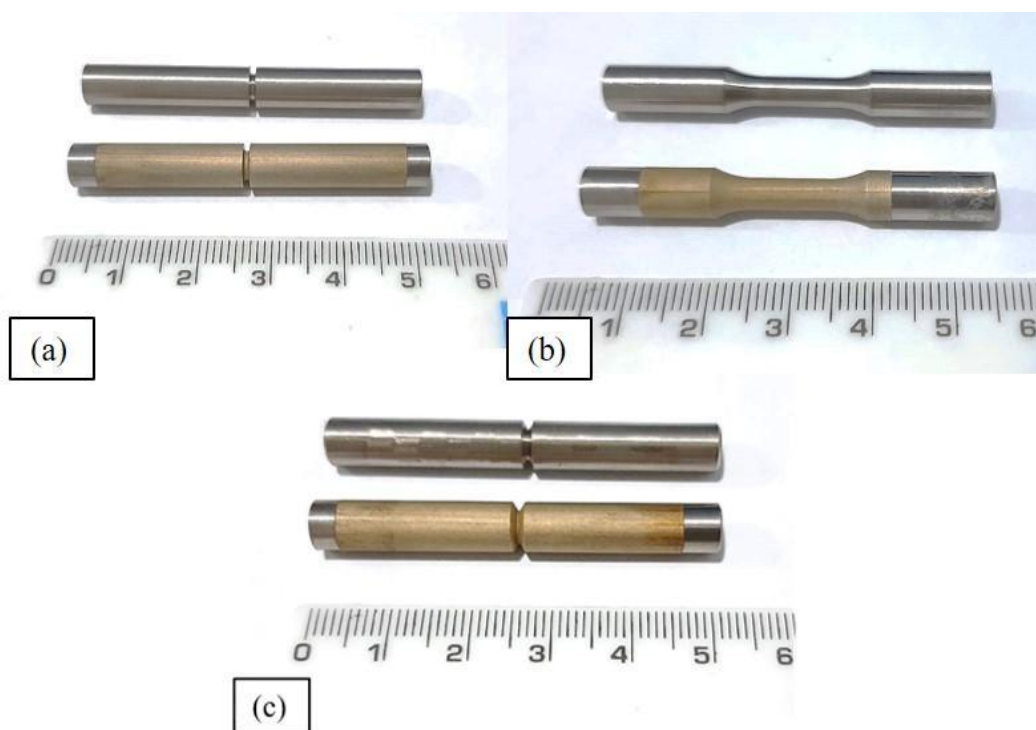
Já nas potências mais baixas, o aumento na rugosidade não foi tão pronunciado, porém observa-se uma mudança na coloração das análises topográficas quando comparadas

a amostra padrão utilizada, uma vez que há a indicação de uma presença maior de vales na superfície. Nesse caso, a potência não foi suficiente para fundir a amostra, mas foi suficiente para introduzir nitrogênio, no caso da P70V30, e modificar de maneira sutil a superfície.

5.5 Definição da condição de nitretação adotada

Com base nos dados obtidos, considerando as análises das amostras de 3 x 3 mm, a condição experimental escolhida para o tratamento superficial dos corpos de provas para os ensaios de fadiga, com e sem entalhe, foi o tratamento a laser com potência 100W e velocidade de varredura de 30 mm/s (P100V30). Nesta condição, apesar da rugosidade ter apresentado valores mais expressivos, junto com a amostra P80V30, potência de 80W, a presença mais evidente de nitretos torna atrativa a avaliação do seu comportamento sob as cargas aplicadas durante o ensaio de fadiga. Nas Figura 40 (a), (b) e (c) estão expostas as amostras com e sem tratamento superficial.

Figura 40 - Corpos- de- prova de fadiga com e sem tratamento superficial. (a) Amostra com entalhe em U; (b) Amostra sem entalhe; (c) Amostra com entalhe em V.



Fonte: Arquivo pessoal.

Conforme era esperado, baseada nas análises prévias da condição de 100 W de potência e 30 mm/s, todas as amostras submetidas ao tratamento de nitretação apresentaram coloração dourada, o que indica a formação de nitretos de titânio. De acordo com a análise de difratometria de raio-X, realizada nas amostras de 3 x 3 mm, sob essas condições ocorre a formação de nitretos não-estequiométricos. Outro ponto a ser salientado nesta etapa foi a priorização da nitretação na região de vida útil das peças, o que não compromete os resultados apresentados para a análise da vida em fadiga das mesmas.

5.6 Análise dos resultados de fadiga dos corpos de prova com e sem nitretação

Os resultados obtidos experimentalmente dos ensaios de fadiga por flexão rotativa dos corpos de prova sem entalhe com e sem nitretação encontram-se dispostos na Tabela 8. Observou-se 1 *runout* (10^7 ciclos) em ambas as condições e estes encontram-se identificados por setas nos diagramas presentes neste trabalho. Já os resultados do ajuste do modelo de A_1 e A_2 e as equações obtidas pelo modelo da Máxima Verossimilhança são apresentados nas Tabela 9 Tabela 10.

Tabela 8 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga dos corpos de prova sem entalhe, com e sem nitretação.

Amostras Sem Entalhe			
Sem tratamento		Com tratamento	
σ Máxima (MPa)	Vida (Ciclos)	σ Máxima (MPa)	Vida (Ciclos)
490	33400	420	3000
490	5000	420	5100
490	1800	247	19800
450	110200	247	23900
450	35200	177	80200
450	2148000	177	75800
420	24500	100	494200
420	262800	100	277000
420	1223200	50	1081800
390	2214000	50	10208800
390	2929300		
350	10073500		

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 9 – Resultados dos cálculos de A'1 e A'2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova sem entalhe com e sem tratamento superficial.

Amostras Sem Entalhe			
Sem tratamento		Com tratamento	
A'1	A'2	A'1	A'2
16,2975	-0,0252853	6,50482	-0,0075851

Fonte: Arquivo pessoal.

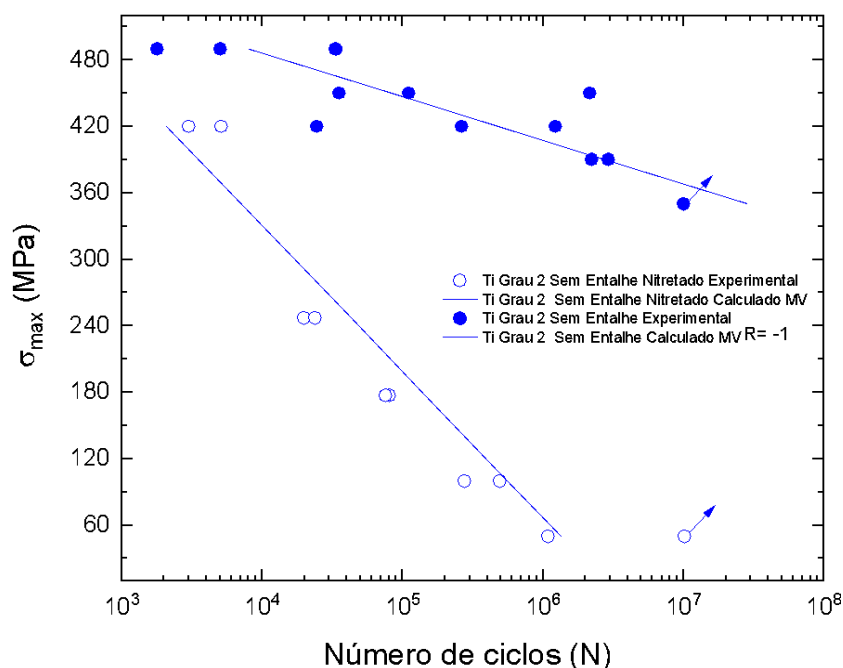
Tabela 10 – Equações obtidas com o cálculo das constantes A'1 e A'2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova sem entalhe com e sem tratamento superficial.

Amostras Sem Entalhe	
log N= A'1 + A'2* σ_{max}	
Sem tratamento	Com tratamento
log N= 16,2975 - 0,0252853 *σ _{max}	log N= 6,50482 -0,0075851*σ _{max}

Fonte: Arquivo pessoal.

Na Figura 41 são apresentadas as sobreposições dos pontos experimentais com o ajuste do Modelo da Máxima Verossimilhança para as duas condições, com e sem tratamento, para os corpos de prova não entalhados. Observa-se que os corpos de prova não entalhados, quanto menor a tensão, melhor a resistência à fadiga desse material, como esperado, uma vez que titânio grau 2 tende a apresentar uma boa resistência à fadiga a temperatura ambiente (GALLO, 2015). Para as amostras sem entalhe sem nitretação, a vida infinita foi atingida em 350 MPa, enquanto que para a amostra submetida ao tratamento de nitretação via laser essa condição foi alcançada em 50 MPa.

Figura 41 - Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste pelo Método da Máxima Verossimilhança das amostras sem entalhe, com e sem tratamento.



Fonte: Arquivo pessoal.

Para esse grupo de amostras, observa-se que o tratamento superficial via laser acarretou uma redução de 85,7 % na vida em fadiga de 10^7 ciclos, o que sugere uma aceleração no processo de iniciação e propagação de trincas, acarretado pelo tratamento superficial instituído. Nesse sentido, apesar da dureza superficial das amostras sob essa condição tenha sido elevada, a mesma não propiciou um retardamento expressivo da falha, o que reduz a faixa de utilização em operação de materiais tratados e submetidos a esforços semelhantes.

Castro *et al.* (2019) ao analisarem o comportamento em fadiga amostras de uma liga de titânio, nitretadas via plasma, observaram o aumento no número de ciclos das amostras tratadas em condições de menores amplitudes. Porém, os autores apontam que para maiores amplitudes e associam este comportamento ao aumento da rugosidade em virtude do tratamento superficial. Nesse sentido, assim como no tratamento via plasma, o laser também provocou uma depreciação da superfície, o que comprometeu a resposta mecânica em fadiga das amostras analisadas nesse projeto (CASTRO *et al.*, 2019)

Com relação aos corpos de prova com entalhe do tipo V, na Tabela 11 encontram-se dispostos os resultados experimentais das amostras entalhadas com e sem nitretação,

seguida das Tabela 12 Tabela 13 com resultados do ajuste do modelo de A_1' e A_2' e as equações obtidas pelos modelo da Máxima Verossimilhança.

Tabela 11 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga dos corpos-de-prova com entalhe tipo V, com e sem nitretação.

Amostras Entalhada (V)			
Sem tratamento		Com tratamento	
σ Máxima (MPa)	Vida (Ciclos)	σ Máxima (MPa)	Vida (Ciclos)
215	106200	180	24500
215	53500	180	11500
215	78900	106	102600
196	107200	106	73200
196	105000	53	1185700
196	72900	53	312000
180	6658400	35	707100
170	134600	35	743700
170	1185900		
170	454800		
140	10374200		
140	2168600		
140	1077400		

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 12 - Resultados dos cálculos de A_1' e A_2' utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova com entalhe em V, com e sem tratamento superficial.

Amostras Entalhadas (V)			
Sem tratamento		Com tratamento	
A_1'	A_2'	A_1'	A_2'
9,76486	-0,0230649	6,3054	-0,0118031

Fonte: Arquivo pessoal

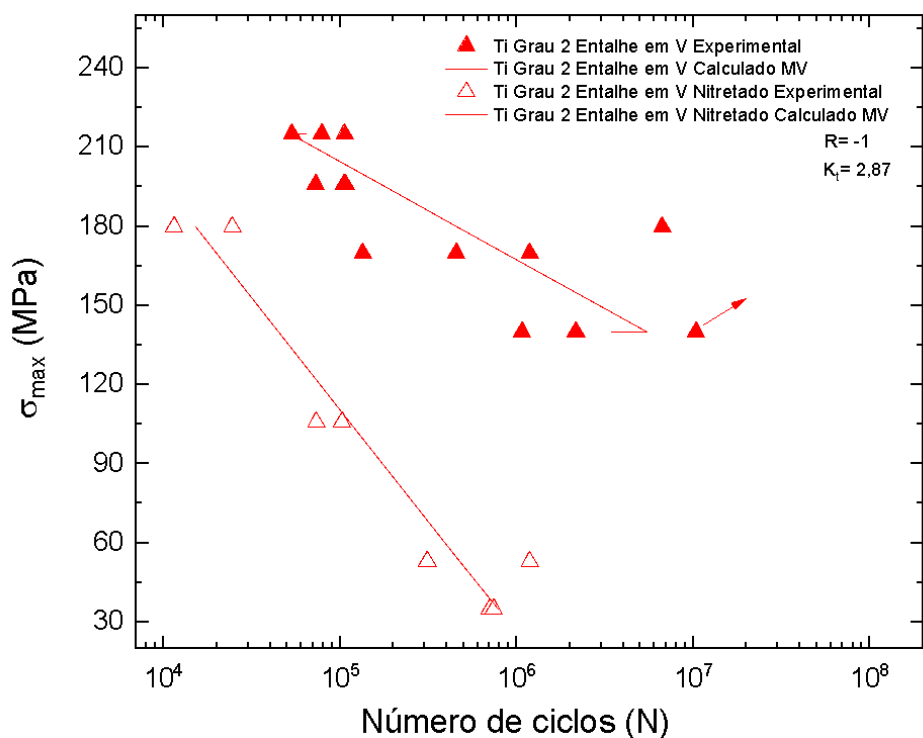
Tabela 13 - Equações obtidas com o cálculo das constantes A_1' e A_2' utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova com entalhe em V, com e sem tratamento superficial

Amostras Entalhadas (V)	
$\log N = A_1' + A_2' * \sigma_{\max}$	
Sem tratamento	Com tratamento
$\log N = 9,76486 - 0,0230649 * \sigma_{\max}$	$\log N = 6,3054 - 0,0118031 * \sigma_{\max}$

Fonte: Arquivo pessoal.

Na Figura 42 são apresentadas as sobreposições dos pontos experimentais com o ajuste do Modelo da Máxima Verossimilhança para as duas condições, com e sem tratamento, para os corpos de prova com entalhe tipo V.

Figura 42- Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste pelo Método da Máxima Verossimilhança das amostras com entalhe em V, com e sem nitretação.



Fonte: Arquivo pessoal.

Assim como nos corpos de prova lisos, também se observa uma redução na resistência à fadiga em virtude do tratamento de superfície utilizado, onde os corpos de prova com falha em 10^6 ciclos, a redução foi de 68,8%. Nota-se que foi necessária uma redução expressiva das tensões utilizadas, o que influenciou a não obtenção de valores referentes à vida infinita nas amostras com entalhe em V nitretadas. Todavia, o modelo adotado comporta-se de acordo com os dados experimentais obtidos.

Já para os corpos de prova com entalhe do tipo U, na Tabela 14 encontram-se dispostos os resultados experimentais das amostras entalhadas com e sem nitretação, seguida das Tabela 15 e Tabela 16 com resultados do ajuste do modelo de A_1' e A_2' e as equações obtidas pelos modelo da Máxima Verossimilhança.

Tabela 14 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga dos corpos-de-prova com entalhe tipo U, com e sem nitretação.

Amostras Entalhada (U)			
Sem tratamento		Com tratamento	
σ Máxima (MPa)	Vida (Ciclos)	σ Máxima (MPa)	Vida (Ciclos)
245	31700	175	17900
245	24800	175	25700
225	19500	106	49900
225	27900	106	71400
210	236600	53	167100
210	32400	53	244700
175	125300	35	4582600
175	85700	35	1123700
142	219300		
120	10428600		

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 15 - Resultados dos cálculos de A'1 e A'2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova com entalhe em U, com e sem tratamento superficial.

Amostras Entalhadas (U)			
Sem tratamento		Com tratamento	
A'1	A'2	A'1	A'2
8,37387	-0,0170544	6,34421	-0,0124875

Fonte: Arquivo pessoal.

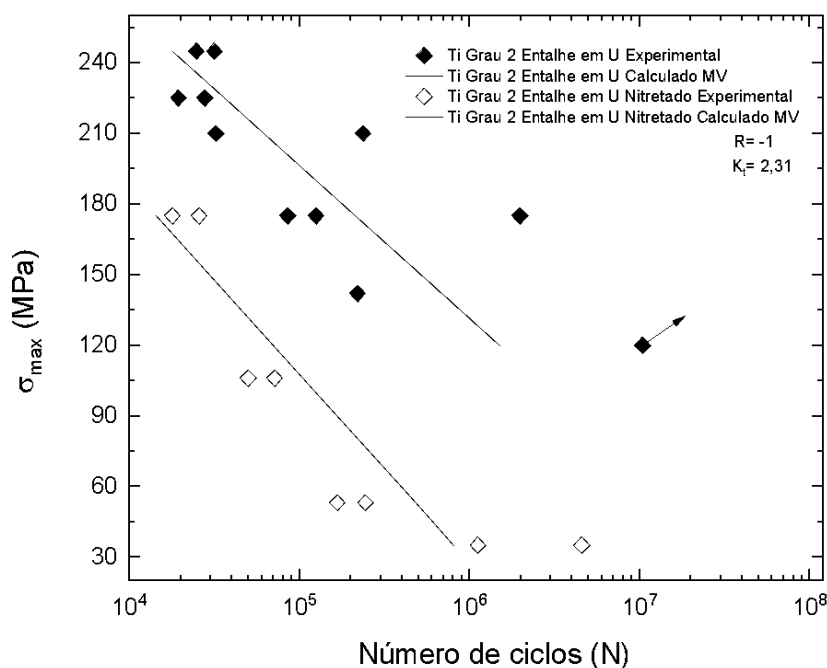
Tabela 16 - Equações obtidas com o cálculo das constantes A'1 e A'2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova com entalhe em U, com e sem tratamento superficial.

Amostras Entalhadas (U)	
$\log N = A'1 + A'2 * \sigma_{\max}$	
Sem tratamento	Com tratamento
$\log N = 8,37387 - 0,0170544 * \sigma_{\max}$	$\log N = 6,34421 - 0,0124875 * \sigma_{\max}$

Fonte: Arquivo pessoal.

Nas Figura 43 são apresentadas as sobreposições dos pontos experimentais com o ajuste do Modelo da Máxima Verossimilhança para as duas condições, com e sem tratamento, para os corpos de prova com entalhe tipo U.

Figura 43 - Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste pelo Método da Máxima Verossimilhança das amostras com entalhe em U, com e sem nitretação



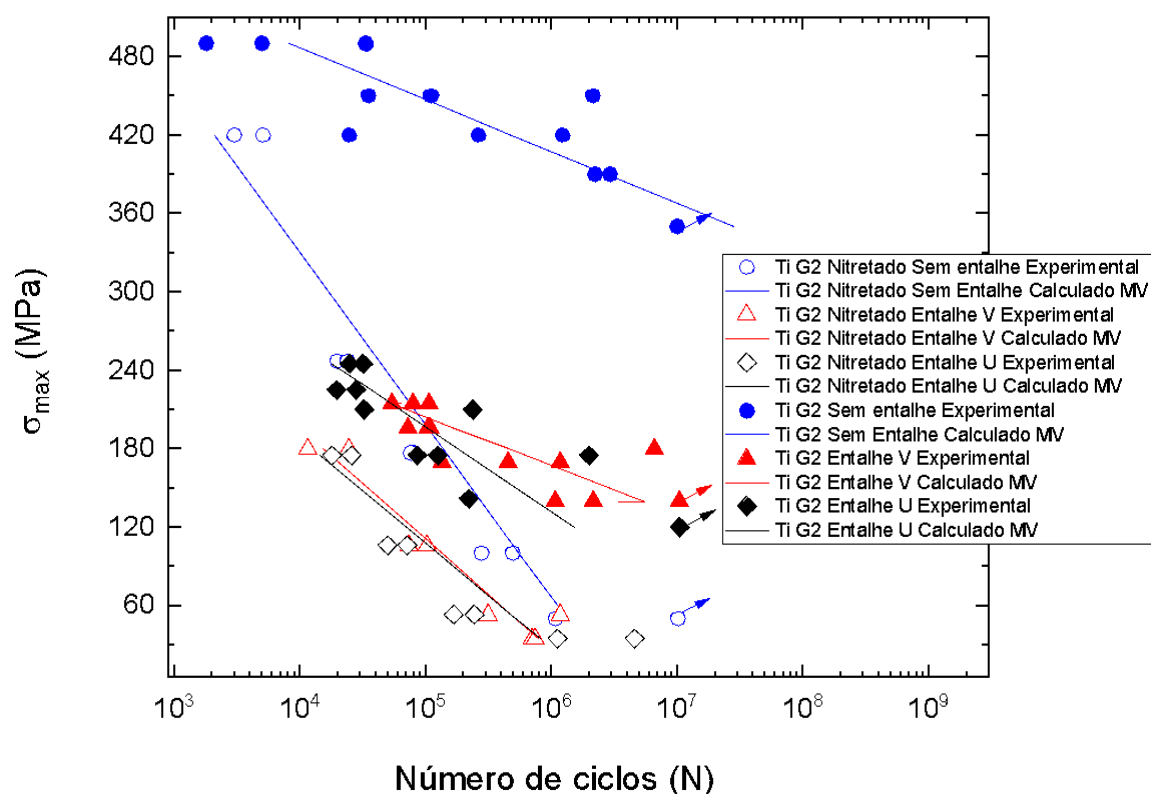
Fonte: Arquivo pessoal.

Para o segundo tipo de entalhe analisado, assim como no entalhe em V, a redução da resistência à fadiga nas amostras nitretadas ao ponto que, dentro dos corpos-de-prova disponíveis, não foi identificado um ponto referente a vida infinita. A redução para esse grupo de amostras, com falha em 10^6 ciclos, foi de 80%.

Na Figura 44, são apresentadas todas as curvas obtidas, o que permite a observação mais evidente dos efeitos do tratamento utilizado. No que diz respeito ao tratamento superficial, resistência à fadiga das amostras sem entalhe foi mais afetada, quando comparada ao comportamento das amostras submetidas a nitretação. As amostras entalhadas apresentaram um comportamento similar. Apesar do entalhe em V simular um defeito mais agressivo, deve ser considerada a influência do efeito das tensões na raiz do entalhe. Ou seja, a resistência da peça estaria associada à tensão média no local do entalhe, que é menor na ponta do entalhe quando comparada à superfície. Nas amostras analisadas, o raio das amostras com entalhe em U é aproximadamente 4 vezes maior que as peças com o entalhe tipo V. Nesse cenário, Lee *et al.* (2005) relatam que, dependendo da resistência do material, para raios menores há possibilidade da tensão média na região do entalhe seja menor, o que afeta a propagação da trinca (LEE *et al.*, 2005).

Um comportamento similar foi obtido pelo grupo de pesquisas, através dos ensaios realizados por Perina (2016), na oficina mecânica LOM-EEL/USP. Nesse caso, as amostras foram tratadas através da nitretação a gás, durante 9h a uma temperatura de 850°C. A autora descreve que para as amostras sem entalhe, a nitretação reduziu em, aproximadamente, 42% a vida em fadiga das amostras sem entalhe e em 50% a vida em fadiga dos corpos de prova com entalhe em V. Ou seja, apesar do cenário similar, onde a dureza do material foi aumentada pela formação de nitretos, em ambas as análises, os dois tipos de tratamentos superficiais comprometeram a qualidade da superfície, o que acarretou a diminuição da resistência a fadiga das peças de titânio grau 2. No caso deste projeto, observa-se que o laser reduziu de maneira mais expressiva a vida em fadiga das amostras.

Figura 44 - Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste pelo Método da Máxima Verossimilhança de todos os corpos de prova analisados.



Fonte: Arquivo pessoal.

A Tabela 17 apresenta os valores da variância e do desvio padrão calculados para os grupos de amostras analisados. Pode-se observar que para os resultados dos ensaios de

fadiga dos corpos de prova lisos, com e sem tratamento, foi observado um desvio padrão um pouco maior. Tal comportamento pode ser justificado pela presença de diferentes sítios de nucleação de trinca nas amostras nessa condição. Já nas amostras entalhadas, a presença do entalhe tende a reduzir esse comportamento, uma vez que todas as trincas são nucleadas no entalhe. Um comportamento similar foi descrito por Silva (2013) em ligas de alumínio, submetidas ao mesmo ensaio mecânico e Strzelecki *et al.* (2019), ao analisarem a vida em fadiga de amostras de aço inoxidáveis com diferentes concentradores de tensão (SILVA, 2013; STRZELECKI *et al.*, 2019).

Tabela 17 - Valores da variância e do desvio padrão dos resultados dos ensaios de fadiga por flexão rotativa

Amostra	Variância (d²)	Desvio Padrão (d)
Corpos-de-prova lisos		
Sem nitretação	0,5101	0,7142
Nitretados	1,9103	1,3821
Corpos-de-prova com Entalhe tipo V		
Sem nitretação	0,3212	0,5667
Nitretados	0,0828	0,2878
Corpos-de-prova com Entalhe tipo U		
Sem nitretação	0,1603	0,4004
Nitretados	1,1882	1,0900

Fonte: Arquivo pessoal.

5.7 Sensibilidade ao entalhe

Na Tabela 17, são apresentados os valores de K_f e q referentes aos corpos de prova entalhados, com e sem tratamento, para o intervalo de vida em fadiga de 10^4 e 10^5 ciclos. Nas Figura 45 e Figura 46 são dispostas as curvas obtidas para ambos. Para as amostras com o entalhe do tipo V, o valor de K_t calculado foi de 2,87 e para as amostras com entalhe do tipo U o K_t calculado foi de 2,31.

De acordo com Wallauer (2015), a diferença entre K_t e K_f está associado ao escoamento cíclico na raiz do entalhe e quanto menor o raio, mais expressiva seria essa diferença, o que confere com o comportamento observado no grupo de amostras com entalhe tipo V. Com relação aos valores de K_f , em todas as condições avaliadas, observa-

se um comportamento semelhante, aumentam conforme a vida em fadiga aumenta. Ruffing *et al.* (2013) relatam que a influência do entalhe em peças de titânio comercialmente puro é fortemente influenciada por suas características anisotrópicas, podendo variar de acordo com a sua orientação cristalográfica e que K_f pode variar de 0,37 a 3,5 para amostras de titânio comercialmente puro, o que corrobora os valores encontrados neste projeto.

Tabela 17 - Dados de fator de concentração (K_f) e sensibilidade ao entalhe (q) das amostras de Titânio grau 2 entalhadas com e sem tratamento superficial

	K_f		q	
	Amostras Sem Nitretação		Amostras Sem Nitretação	
	Entalhe tipo U	Entalhe tipo V	Entalhe tipo U	Entalhe tipo V
10^4	1,86	2,01	0,65	0,54
10^5	2,27	2,19	0,97	0,63
	Amostras Nitretadas		Amostras Nitretadas	
	Entalhe tipo U	Entalhe tipo V	Entalhe tipo U	Entalhe tipo V
	10^4	1,69	1,04	0,03
10^5	1,79	1,03	0,02	0,42

Fonte: Arquivo pessoal.

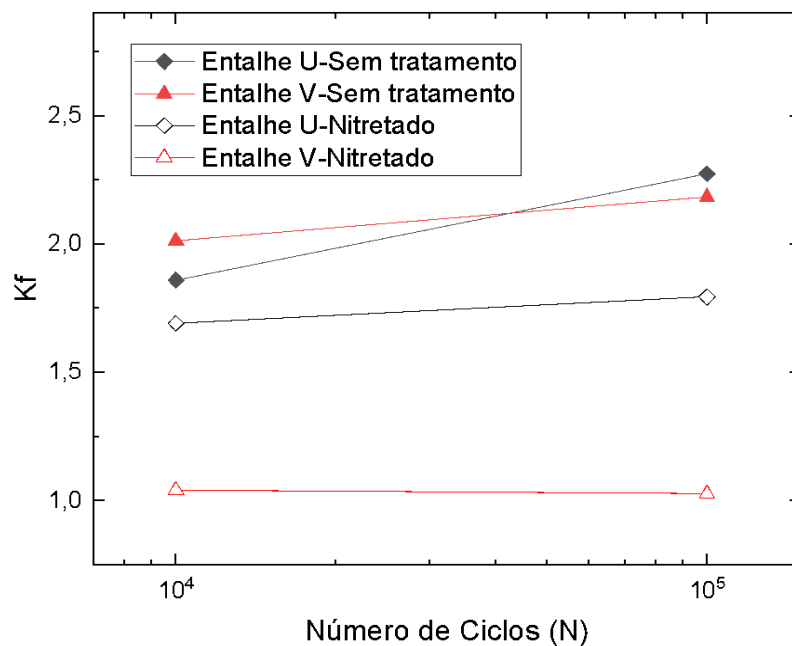
No que diz respeito ao comportamento da sensibilidade ao entalhe das peças, nota-se que ao aumentar o número de ciclos (menores valores de tensão), maiores são os valores do fator de sensibilidade ao entalhe, ou seja, mas a peça é afetada pela presença do entalhe. Nas análises realizadas, o comportamento dos corpos de prova com entalhe em U, sem tratamento superficial, é o que mais se destaca. Comparado com as amostras com entalhe tipo V, há um aumento de 20,4 % valor de q , para corpos de prova submetidos a 10^4 ciclos e 54 % para 10^5 ciclos. Quando $q = 1$, ou quanto mais próximo desse valor, entende-se que a peça em análise é mais sensível à presença do entalhe.

O desempenho das peças confeccionadas com entalhe tipo U pode ser associado às deformações plásticas na região do entalhe e o gradiente de tensão gerado. Nesse caso, os valores obtidos indicam que houve uma área de dano maior (raio maior), que afetou a distribuição das tensões médias na raiz do entalhe. Como a análise foi realizada em amostras do mesmo material, há um indicativo de que mais trincas foram nucleadas e propagadas na região do entalhe devido ao gradiente de tensão, o que tornou o material mais sensível ao entalhe. Kerscher (2014) também aponta que outro fator que pode influenciar esse tipo de resposta é a microestrutura do material, onde entalhes menores

(microentalhes) só influenciariam a vida em fadiga caso o tamanho fosse maior que o grão do titânio, o que favoreceria a propagação das trincas (KERSCHER, 2014).

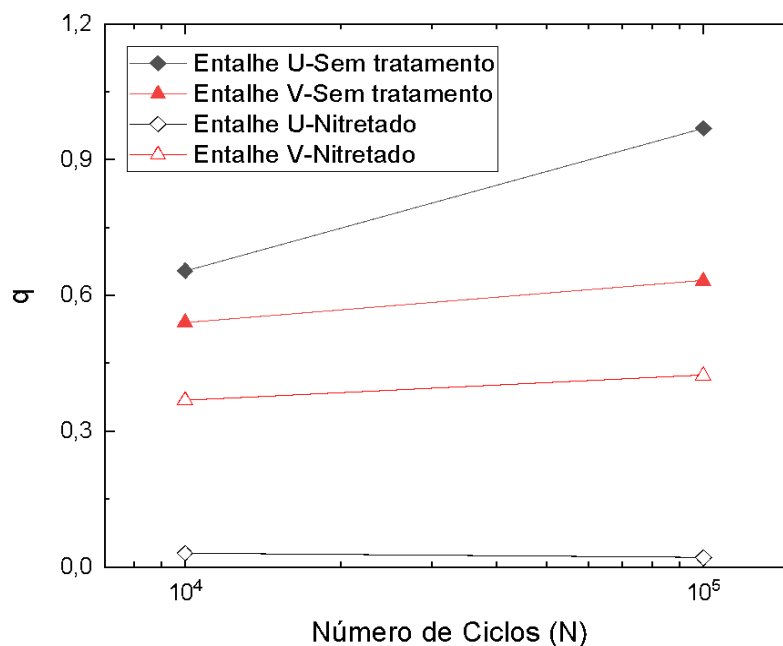
No que diz respeito às variações de K_f e q , Perina (2019) relata um comportamento semelhante, onde os coeficientes aumentaram diante do número de ciclos maiores, o que evidencia que para tensões menores o entalhe não influencia efetivamente a vida em fadiga das amostras. Perina (2016), para 10^5 ciclos, descreve valores de K_f de 2,5 para as amostras de titânio, sem tratamento, com entalhe tipo V, e 1,8 para os corpos de prova nitretados. Já Baptista *et al.* (2004) relataram valores de q entre 0,4 e 0,7 para ligas de titânio, para 10^4 e 10^5 ciclos e Alkhozraji *et al.* (2015), $q = 0,9$, valores próximos aos encontrados nesse projeto (PERINA, 2019; BAPTISTA, 2004; ALKHAZRAJI, 2015).

Figura 45 - Coeficiente de Concentração de tensão em fadiga (K_f) versus número de ciclos. Amostras entalhadas com e sem tratamento.



Fonte: Arquivo pessoal.

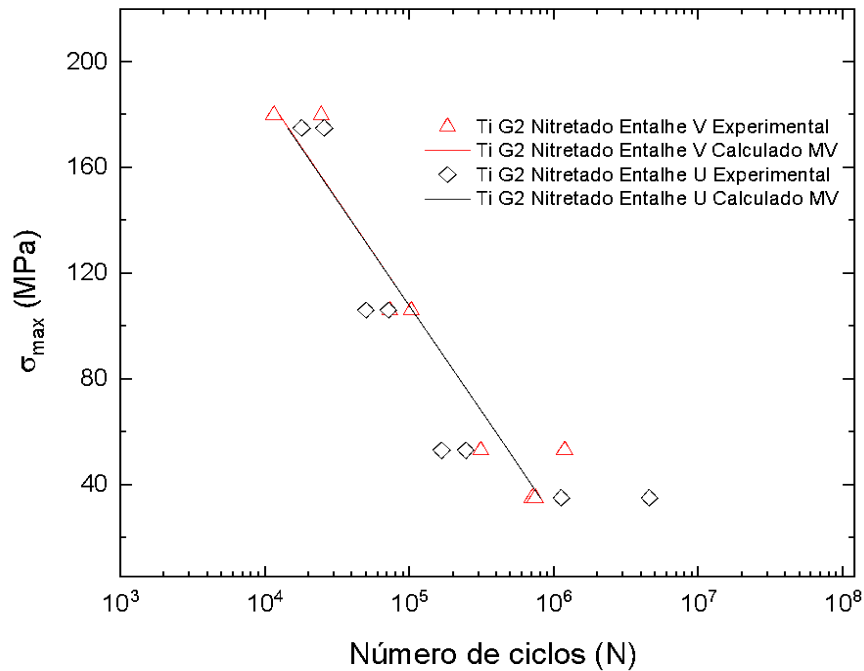
Figura 46 - Sensibilidade ao entalhe (q) versus número de ciclos. Amostras entalhadas com e sem tratamento.



Fonte: Arquivo pessoal.

Outro ponto observado é o comportamento das peças nitretadas, onde a presença de entalhes diferentes pouco influenciou o comportamento em fadiga das peças, uma vez que o comportamento foi similar, conforme observado na Figura 47. Este comportamento é um indicativo de que a rugosidade causada pelo tratamento via Laser foi mais influente no comportamento em fadiga do que o próprio entalhe, o que pode ser corroborado pelos baixos valores de q para essa condição. No caso do entalhe em U, por exemplo, houve uma redução de 95,4 % para 10^4 ciclos, com um valor bem próximo de zero, que indica uma baixa sensibilidade do material.

Figura 47 - Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste pelo Método da Máxima Verossimilhança dos corpos de prova entalhados e nitretados.



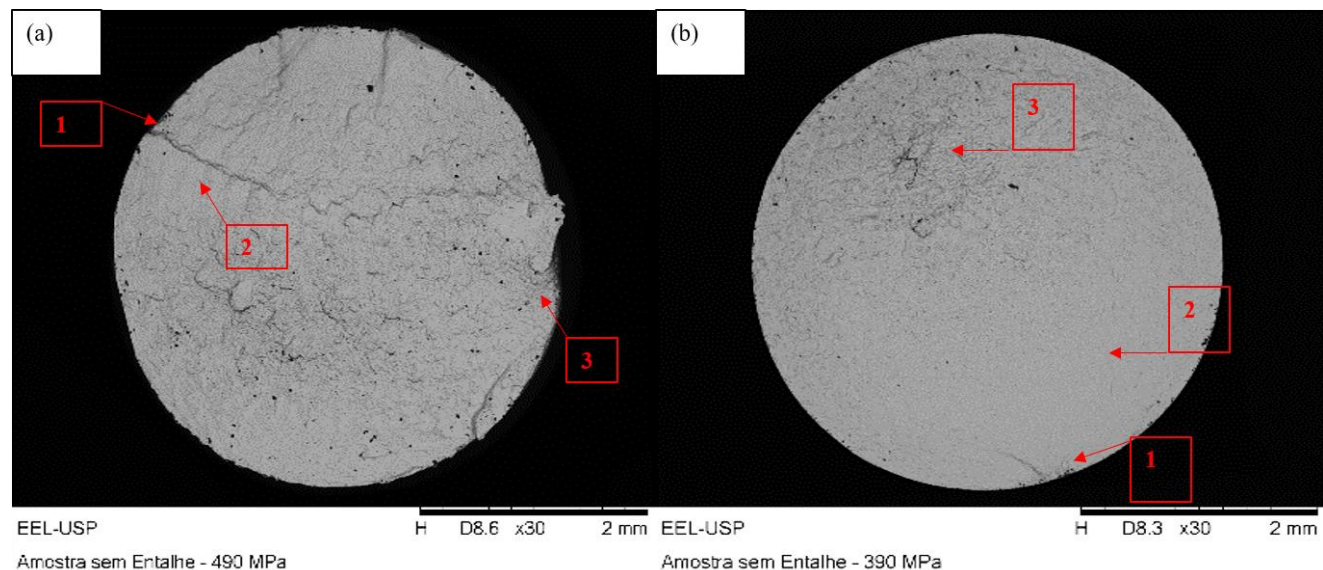
Fonte: Arquivo pessoal.

5.8 Superfície de fratura

5.8.1 Análises fractográficas de fratura dos corpos de prova sem entalhe dos ensaios de fadiga por flexão rotativa ($\sigma_{m\acute{a}x} = 490$ MPa e $\sigma_{m\acute{a}x} = 390$ MPa)

As Figura 48 (a) e (b) mostram a superfície de fratura das amostras de titânio grau 2, sem entalhe e sem o tratamento superficial, ensaiadas sob tensão máxima ($\sigma_{m\acute{a}x}$) de 490 MPa e 390 MPa. A vida em fadiga foi de 33.400 ciclos e 2.929.300 ciclos, respectivamente.

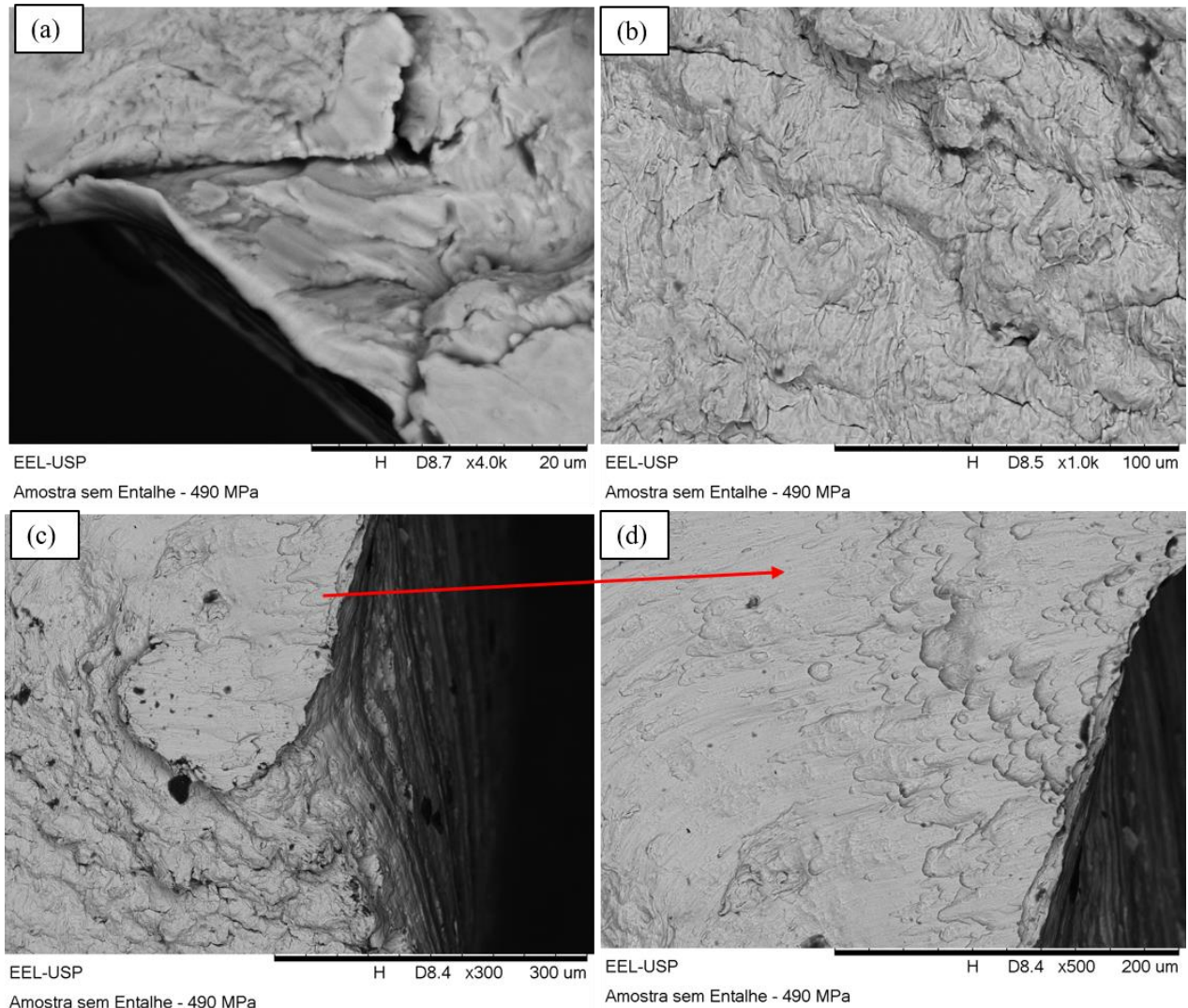
Figura 48 – Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, sem tratamento superficial, ensaiados sob 490 MPa (a) e 390 MPa (b). Ampliação de 30x.



Fonte: Arquivo pessoal.

Ao observar as fractografias, nota-se a influência do nível de tensão na resposta da amostra submetida a fadiga por flexão rotativa, isto é, para a Figura 48 (a), há uma presença maior de sítios de nucleação de trincas quando compara-se a Figura 48 (b). Tal aspecto sugere uma aceleração na nucleação e possível propagação das trincas para tensões mais elevadas, o que acarreta a fratura com um reduzido número de ciclos (TOTTEN, 2008). Já na Figura 47 (b), é possível observar uma região maior referente a área de propagação da trinca (Região 2) e uma região de fratura bem demarcada (Região 3). Nas Figura 49 (a), (b), (c) e (d) são expostas as ampliações das regiões identificadas como 1, 2 e 3 na amostra submetida a 490 MPa.

Figura 49 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, ensaiados sob 490 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 4000x. (b) Região 2. Ampliação de 1000x. (c) Região 3. Ampliação de 300x. (d) Região 3. Ampliação de 500x.



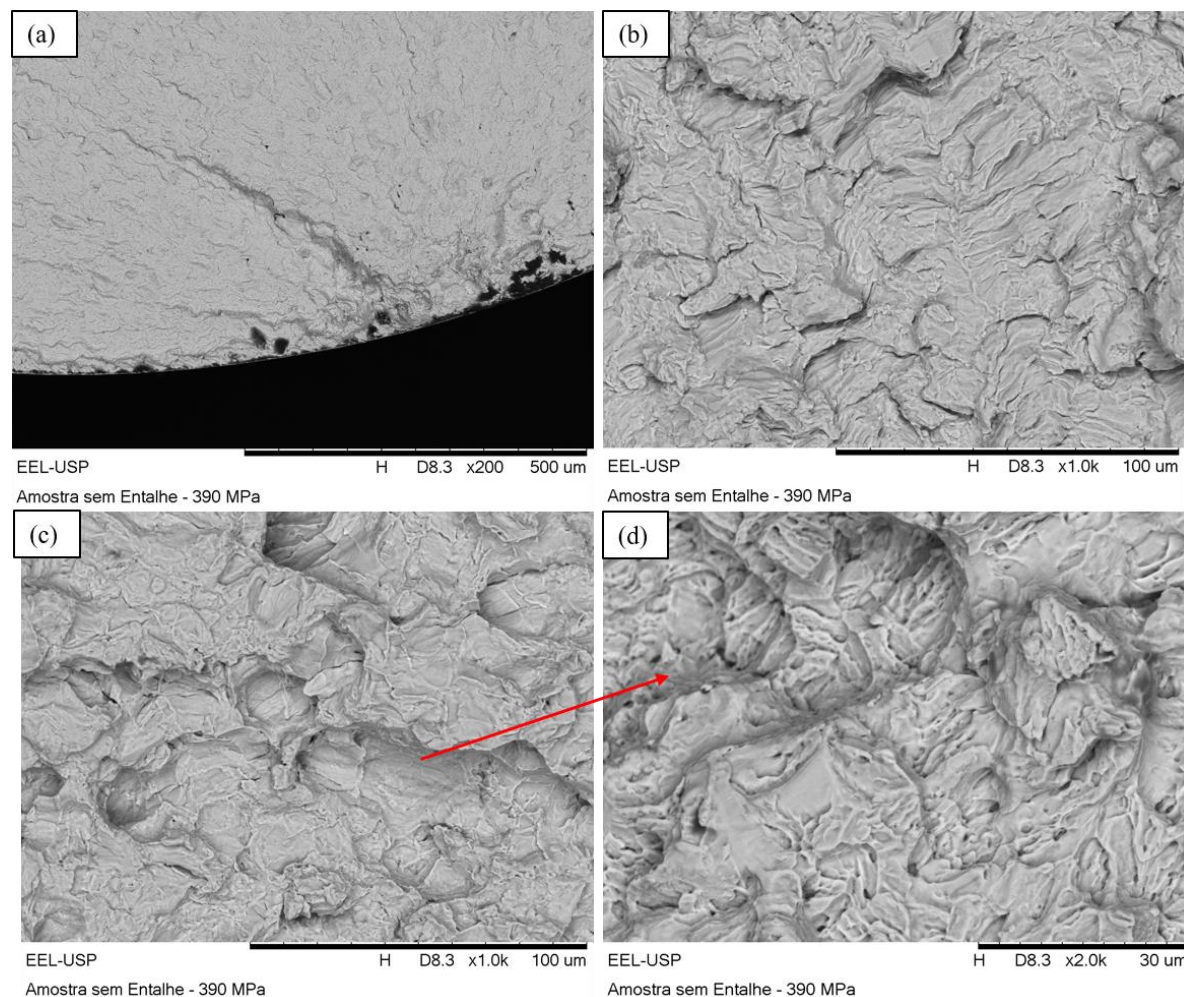
Fonte: Arquivo pessoal.

A Figura 49(a) corresponde ao aumento da Região 1, onde observa-se o ponto de nucleação de umas das trincas formadas na peça. Na Figura 49 (b) é possível identificar algumas estrias, o que caracteriza a falha por fadiga, enquanto as Figura 49 (c) e (d) correspondem a área da fratura da peça com a formação de microcavidades com origem em deformação plástica, o que identifica um micromecanismo de fratura dúctil.

Nas Figuras 50 (a), (b), (c) e (d) se observa de forma similar, para a amostra submetida a tensão de 390 MPa, três regiões muito bem definidas para a nucleação, Figura 50(a), e uma extensa área de propagação com a presença de estrias, Figura 50(b). A Região

3, Figuras 50(c) e (d), define a região da fratura final irregular com aspectos oriundos de deformação plástica e a presença de microcavidades.

Figura 50 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, ensaiados sob 390 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 200x. (b) Região 2. Ampliação de 1000x. (c) Região 3. Ampliação de 1000x. Região 3. Ampliação de 2000x.



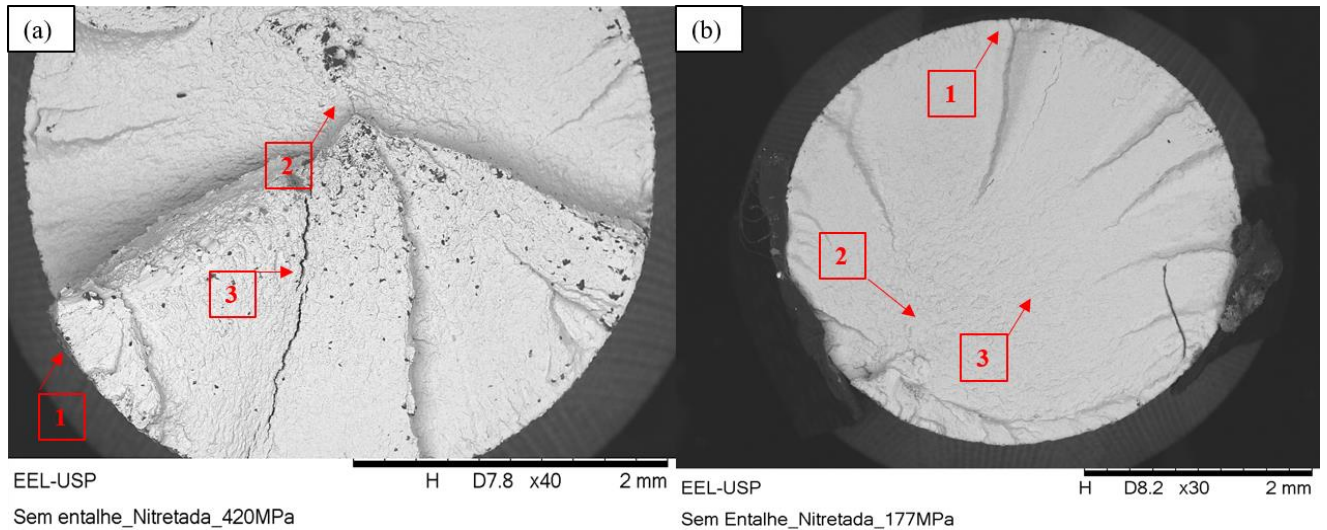
Fonte: Arquivo pessoal.

5.8.2. Análises fractográficas da superfície de fratura dos corpos de prova sem entalhe, nitretados, dos ensaios de fadiga por flexão rotativa ($\sigma_{\text{máx}} = 420 \text{ MPa}$ e $\sigma_{\text{máx}} = 177 \text{ MPa}$)

Nas Figuras 51 (a) e (b) são expostas as fractografias referentes aos corpos de prova sem entalhe nitretados, ensaiados a 420 MPa e 177 MPa, respectivamente. A vida em fadiga dessas amostras foi de 5.100 ciclos para 420 MPa e 80.200 ciclos para 177 MPa. Observa-

se que o tratamento superficial via Laser propiciou a nucleação de mais sítios para o crescimento das trincas.

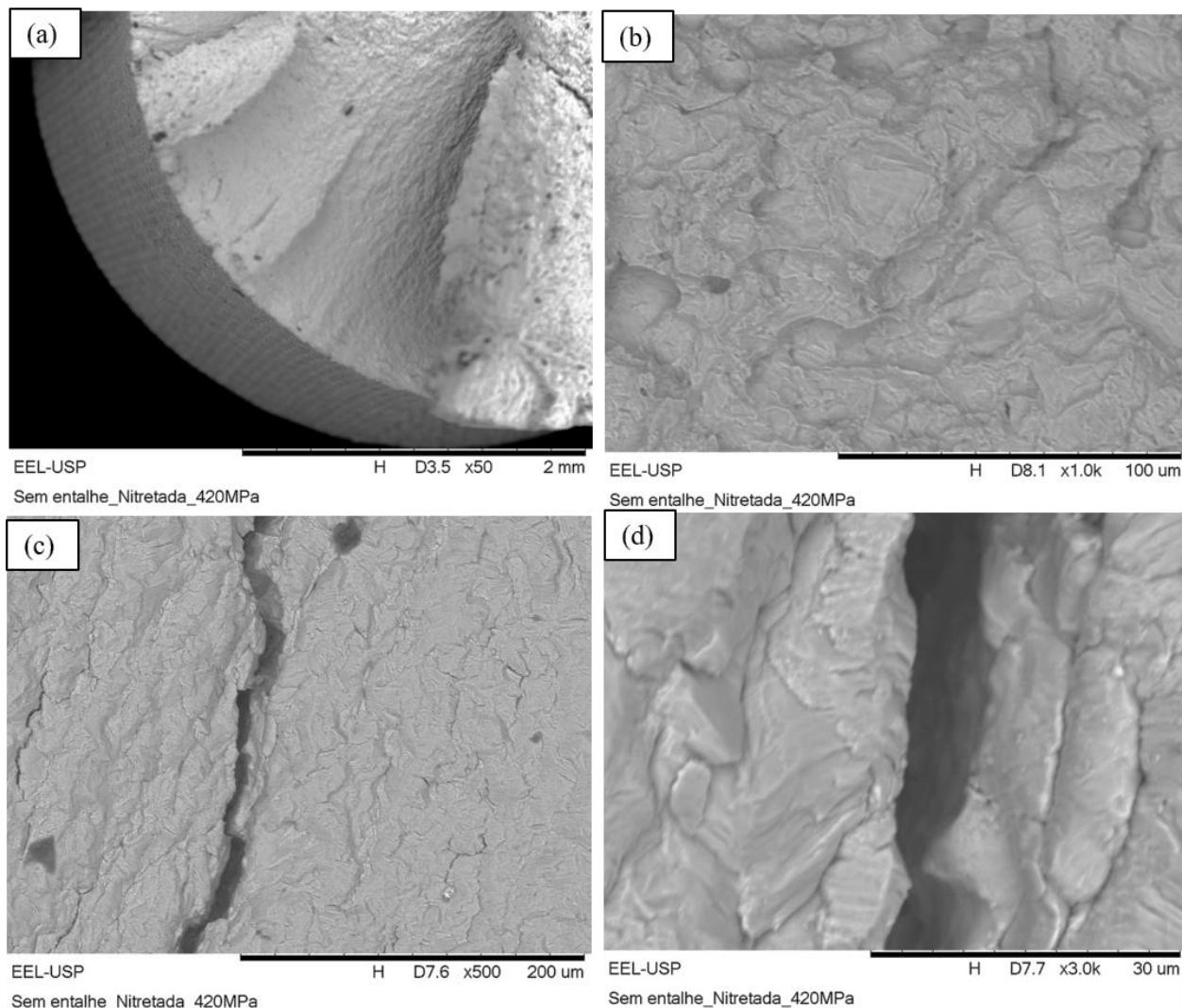
Figura 51 - Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, ensaiados sob 420 MPa (a) e 177 MPa (b). Ampliação de 40x e 30x, respectivamente.



Fonte: Arquivo pessoal.

Este comportamento é explicado pela observação da Figura 52 (a), onde é possível observar as trilhas do Laser sob a amostra. Já nas Figuras 52 (b), (c) e (d), são expostos os aumentos referentes às regiões indicadas em vermelho na Figura 51 (a), onde a Região 2 representa a fratura final da peça configurada por micromecanismo dúctil. As imagens (c) e (d) referente à propagação foram identificadas a presença de estrias, Figura 52 (c), e trincas secundárias.

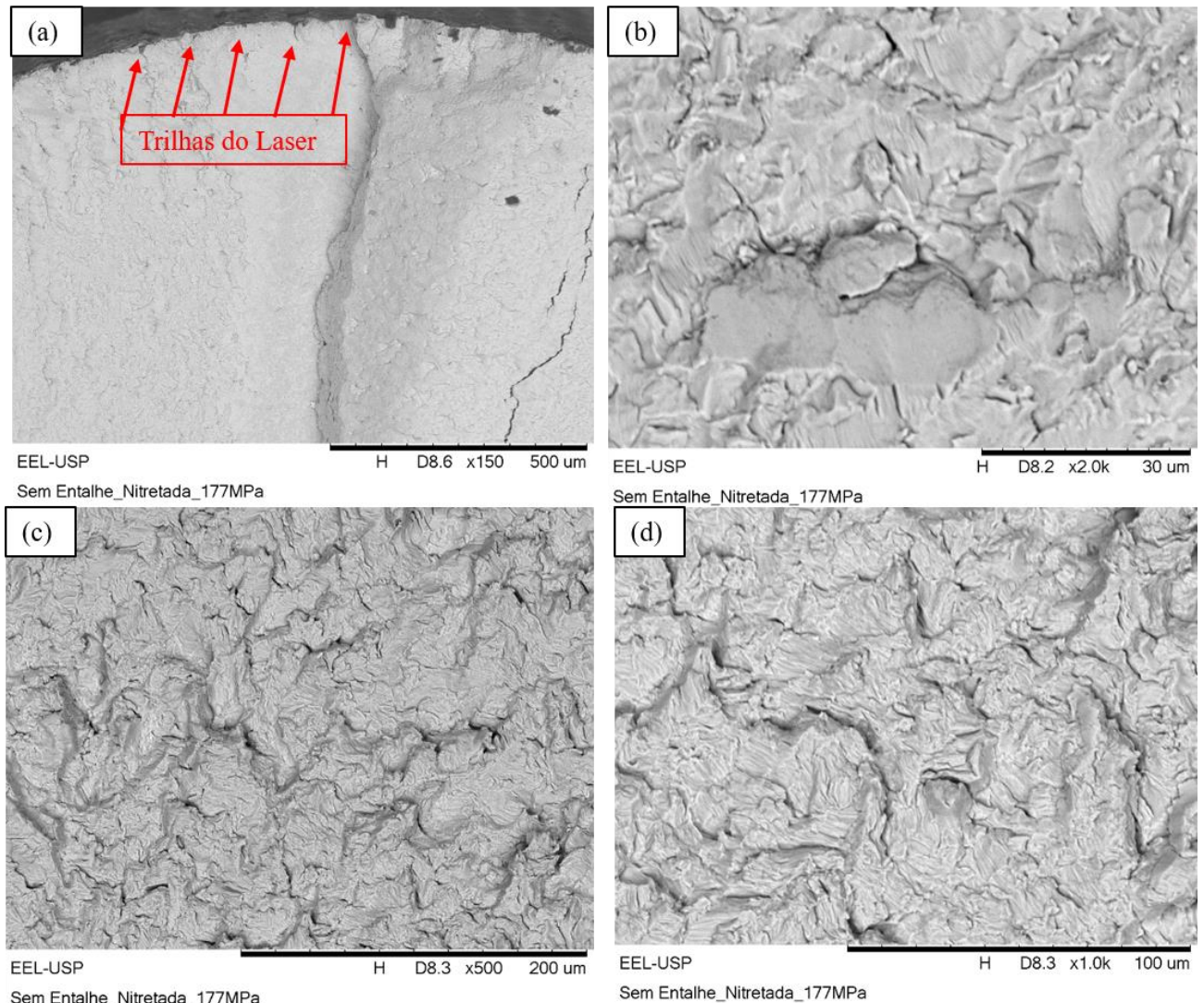
Figura 52 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, ensaiados sob 420 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 50x. (b) Região 2. Ampliação de 1000x. (c) Região 3. Ampliação de 500x. (d) Região 3. Ampliação de 3000x.



Fonte: Arquivo pessoal.

As ampliações referentes à amostra submetida a tensão de 177 MPa são apresentadas nas Figuras 53 (a), (b), (c) e (d). Trilhas oriundas do Laser podem ser observadas na superfície (Fig. 53 (a)) da amostra e trincas secundárias entre estrias são observadas na Figura 53 (b), região correspondente a área de propagação de trincas. As Figura 53 (c) e (d) corresponde à área da fratura final. Apesar da peça submetida a tensão mais baixa apresentar a vida em fadiga mais elevada, em ambos os níveis de tensões, as trilhas formadas pela varredura do feixe de Laser, propiciaram a formação de inúmeros sítios favoráveis à nucleação das trincas.

Figura 53 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova sem entalhe, ensaiados sob 177 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 50x. (b) Região 3. Ampliação de 2000x. (c) Região 2. Ampliação de 500x. (d) Região 2. Ampliação de 1000x.



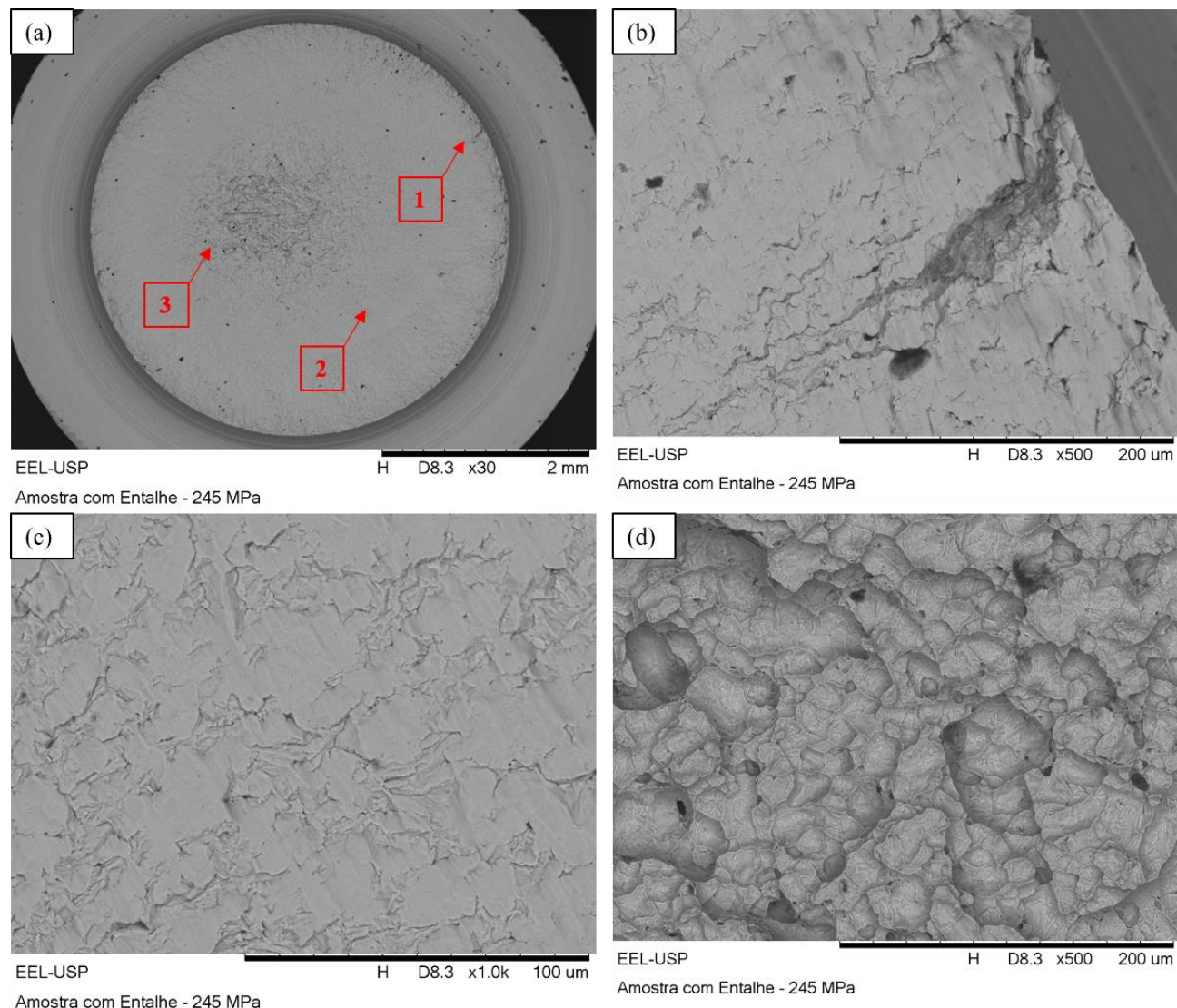
Fonte: Arquivo pessoal.

5.8.3 Análises fractográficas da superfície de fratura do corpo de prova com entalhe tipo U, dos ensaios de fadiga por flexão rotativa ($\sigma_{\text{máx}} = 245 \text{ MPa}$)

Para a amostra com entalhe tipo U, nas Figuras 54 (a), (b), (c) e (d) encontram-se as ampliações referentes às áreas de início de uma das trincas, Figura 54 (a), a região de propagação identificada nesse caso como Região 2, Figura 54 (b) e (c), e a região de fratura, Região 3, Figura 54 (d). A vida em fadiga foi de 31.700 ciclos e seu comportamento durante a fratura apresentou-se similar a amostra sem entalhe e sem nitretação submetidas a tensões mais reduzidas. Para os outros corpos de provas com entalhe do tipo U, ensaiados em

tensões mais baixas, o comportamento também foi similar com as três regiões de fratura bem definidas e a presença de estrias.

Figura 54 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo U, ensaiados sob 177 MPa. (a) Ampliação de 50x. (b) Região 1. Ampliação de 500x. (c) Região 2. Ampliação de 1000x. (d) Região 3. Ampliação de 500x



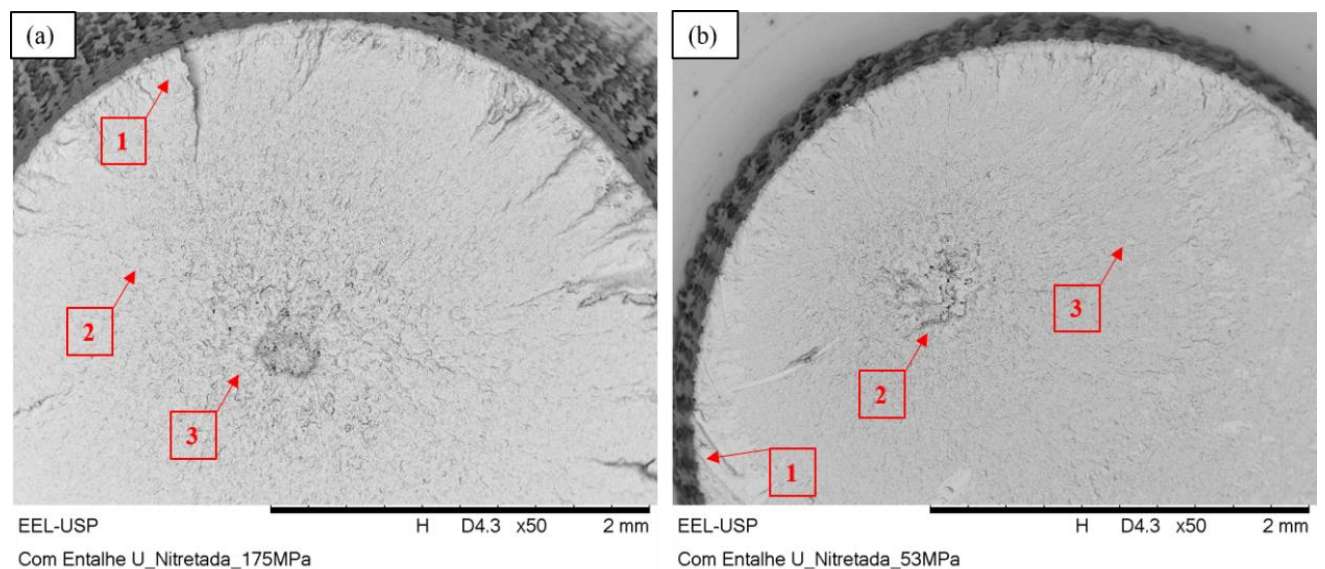
Fonte: Arquivo pessoal.

5.8.4 Análises fractográficas da superfície de fratura dos corpos de prova com entalhe tipo U, nitretados, dos ensaios de fadiga por flexão rotativa ($\sigma_{\text{máx}} = 175 \text{ MPa}$ e $\sigma_{\text{máx}} = 53 \text{ MPa}$)

Nas Figuras 55 (a) e (b) são expostas as superfícies de fratura das amostras de titânio grau 2, com entalhe do tipo U, nitretadas, ensaiadas sob tensão máxima ($\sigma_{\text{máx}}$) de 175 MPa

e 53 MPa. A vida em fadiga foi de 125.300 ciclos 244.700 ciclos, respectivamente. Nas duas condições analisadas, assim como nas outras condições, foi possível identificar diversos pontos de nucleação de trincas, principalmente na amostra submetida a 175 MPa. Contudo, observa-se um padrão onde as trincas também seguiram as trilhas oriundas da passagem do laser sobre a peça em ambas as tensões, conforme as Figura 55 (a) e (b) e a Figura 56 (a).

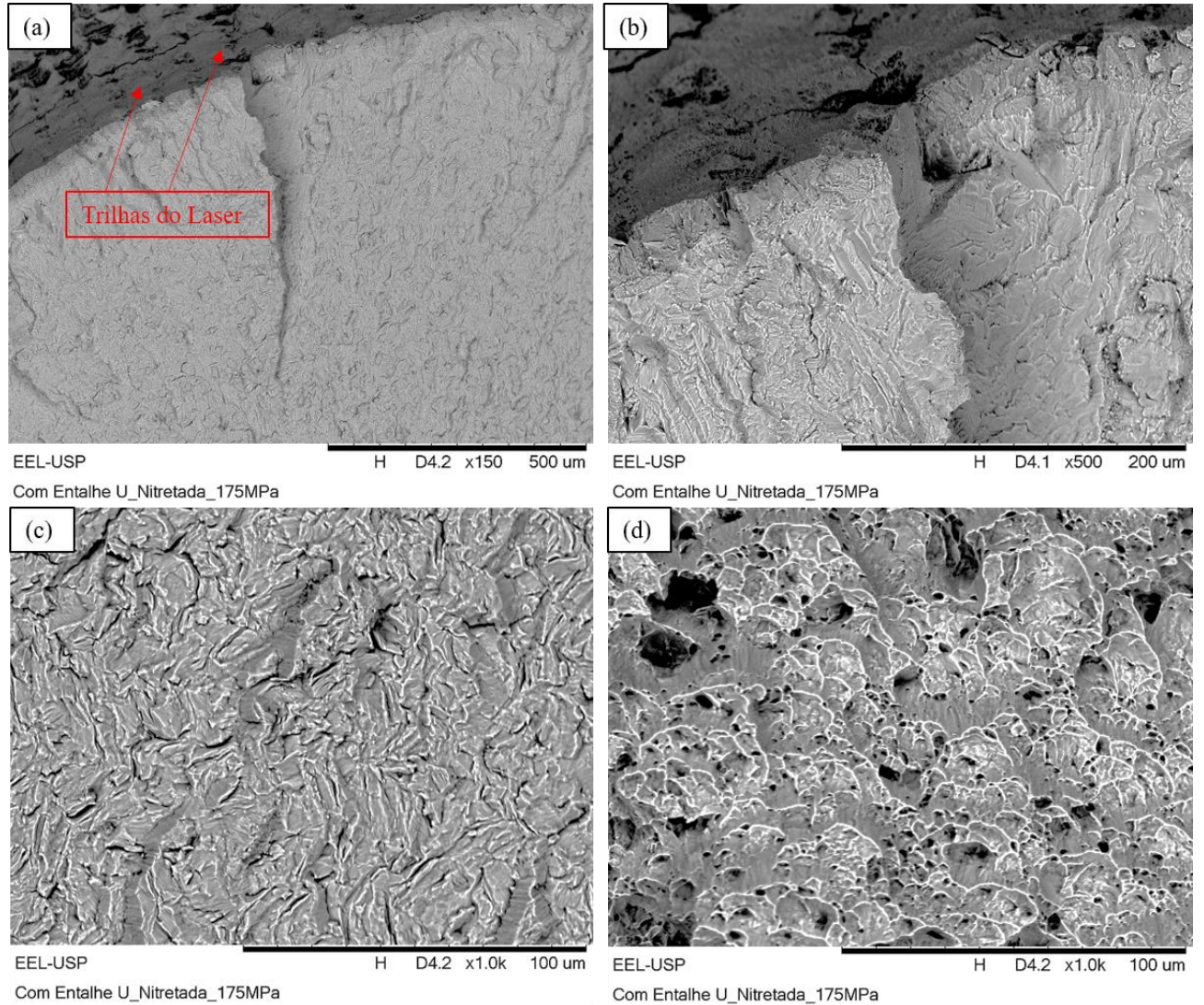
Figura 55 - Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo U, ensaiados sob 175 MPa (a) e 53 MPa (b). Ampliações de 50x.



Fonte: Arquivo pessoal.

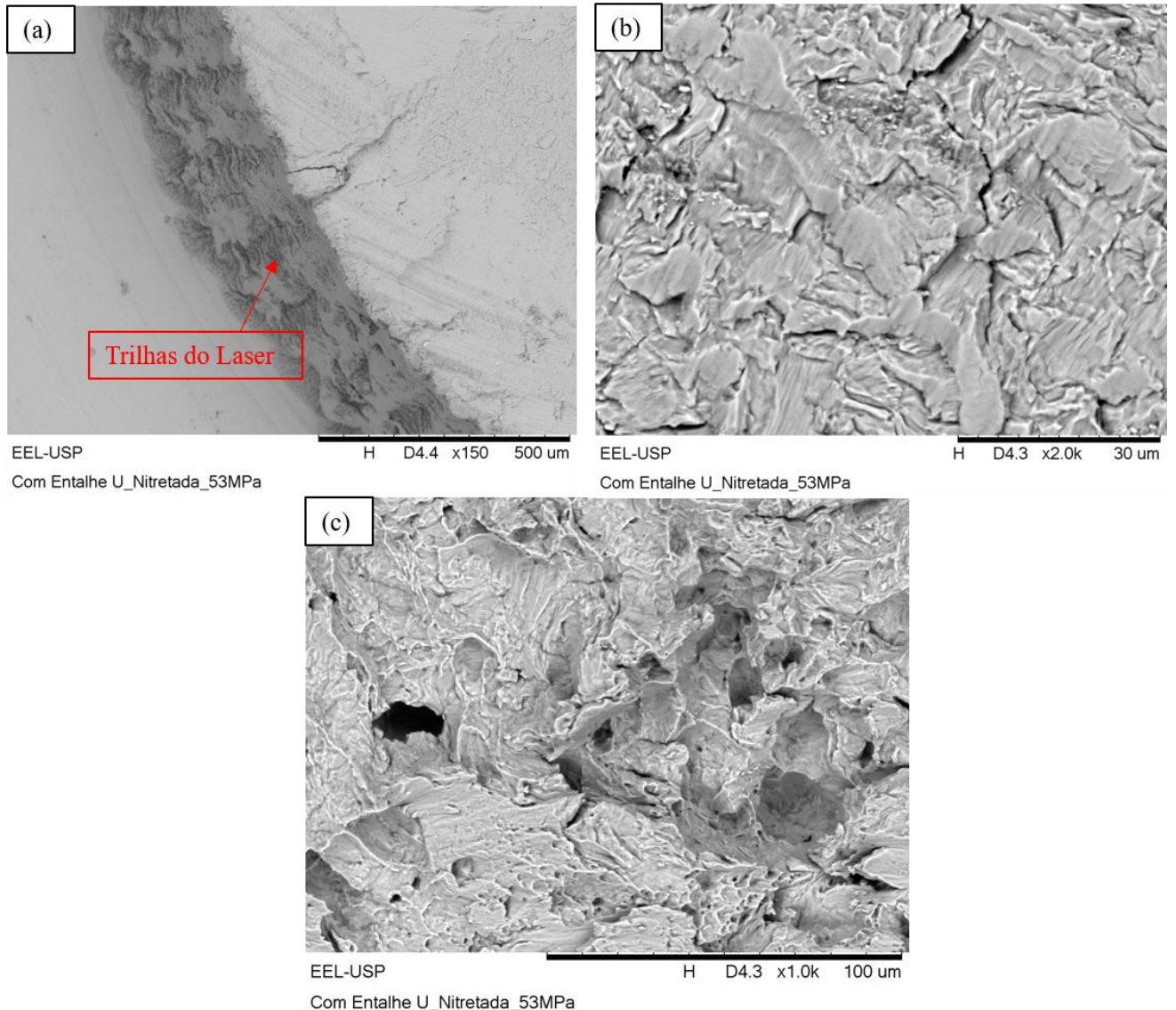
As estrias de fadiga foram identificadas em ambas as condições e encontram-se dispostas nas Figura 57 (c) e Figura 58 (b). Com base nas Figuras 56 (d) e 57 (c) nota-se a ocorrência de fratura tipo dúctil em ambas as condições. Entretanto, para as peças nitretadas, com entalhe tipo U, nota-se que o tratamento superficial promoveu a fragilização do material, ou seja, assim como para o grupo de amostras não entalhadas, as trilhas da passagem do Laser, apesar de ricas em nitretos, acarretou o aumento no número de concentradores de tensão. Esta observação corrobora os baixos valores de sensibilidade ao entalhe (q tende a 0) neste grupo de amostras, isto é, para as amostras tratadas superficialmente pela técnica adotada neste trabalho, a presença do entalhe do tipo U pouco influência nas análises (WALLAUER, 2015; LEE *et al.*; 2005).

Figura 56- Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo U, ensaiados sob 175 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 150x. (b) Região 1. Ampliação de 500x. (c) Região 2. Ampliação de 1000x. (d) Região 3. Ampliação de 500x.



Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 57- Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo U, ensaiados sob 53 MPa. (a) Região 1 Ampliação de 150x. (b) Região 3. Ampliação de 2000x. (c) Região 2. Ampliação de 1000x.

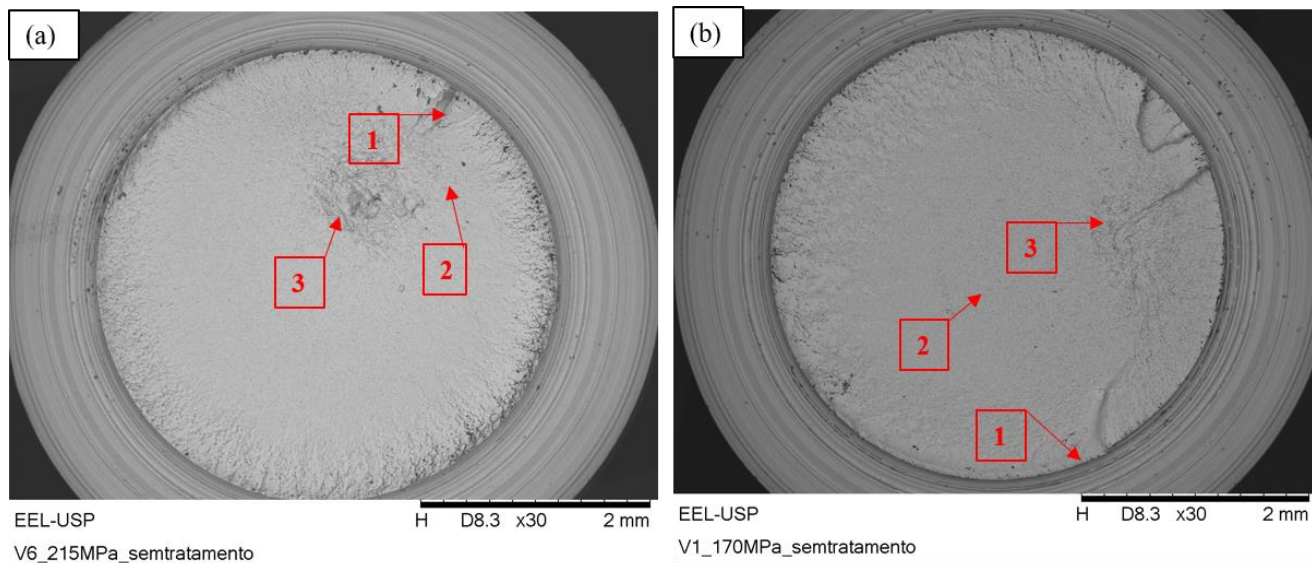


Fonte: Arquivo pessoal.

5.8.5 Análises fractográficas da superfície de fratura dos corpos de prova com entalhe do tipo V, dos ensaios de fadiga por flexão rotativa ($\sigma_{\text{máx}} = 215 \text{ MPa}$ e $\sigma_{\text{máx}} = 170 \text{ MPa}$)

As superfícies de fratura dos corpos de prova submetidos a 215 e 170 MPa, com entalhe tipo V, sem o tratamento superficial são apresentadas nas Figuras 58 a 60. Apesar das similaridades observadas nas Figuras 58 (a) e (b) quanto aos sítios de nucleação, a vida em fadiga para essas peças foi de 106.200 ciclos e 6.658.400 ciclos, respectivamente.

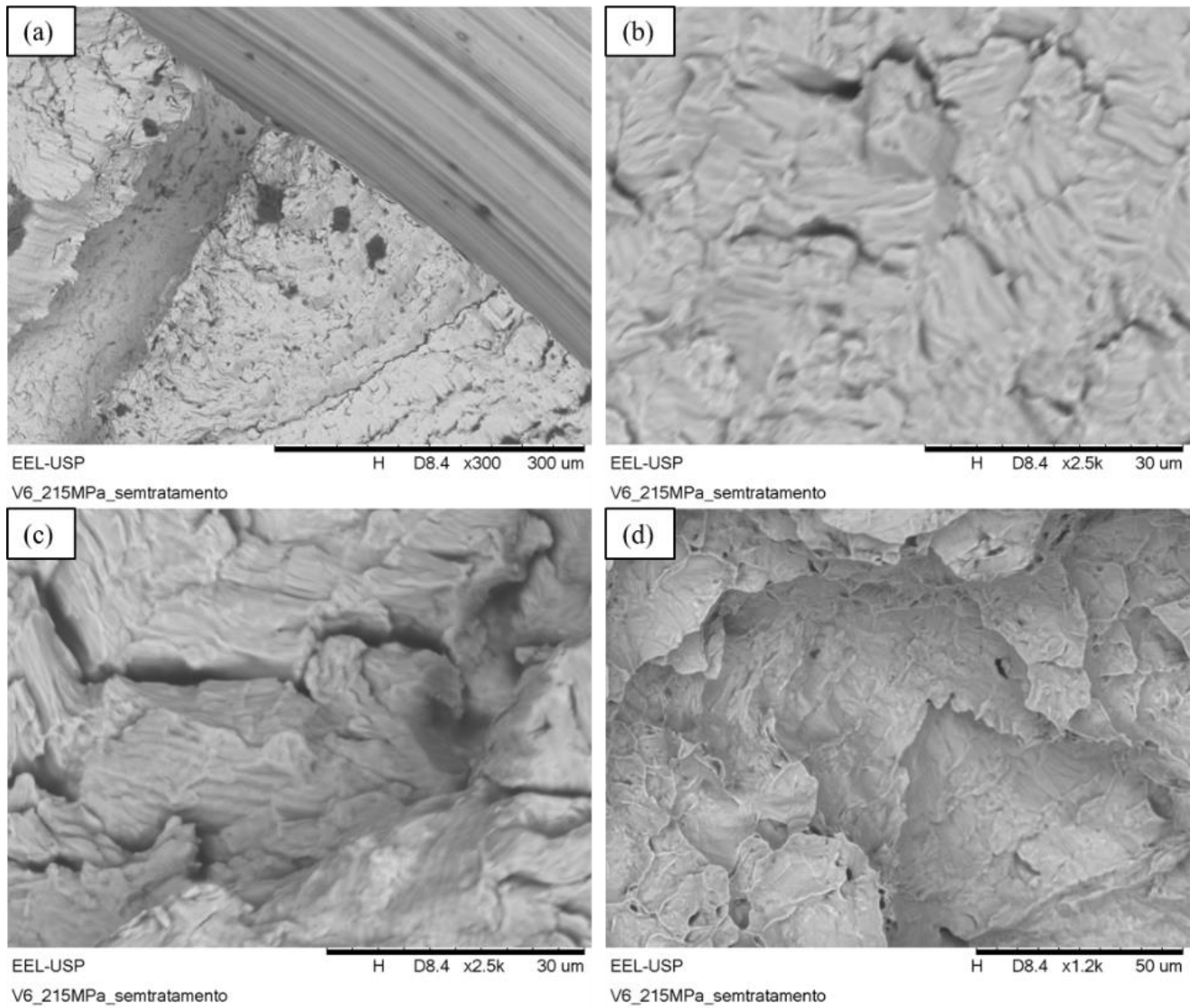
Figura 58 - Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 215 MPa (a) e 170 MPa (b). Ampliação de 30x.



Fonte: Arquivo pessoal.

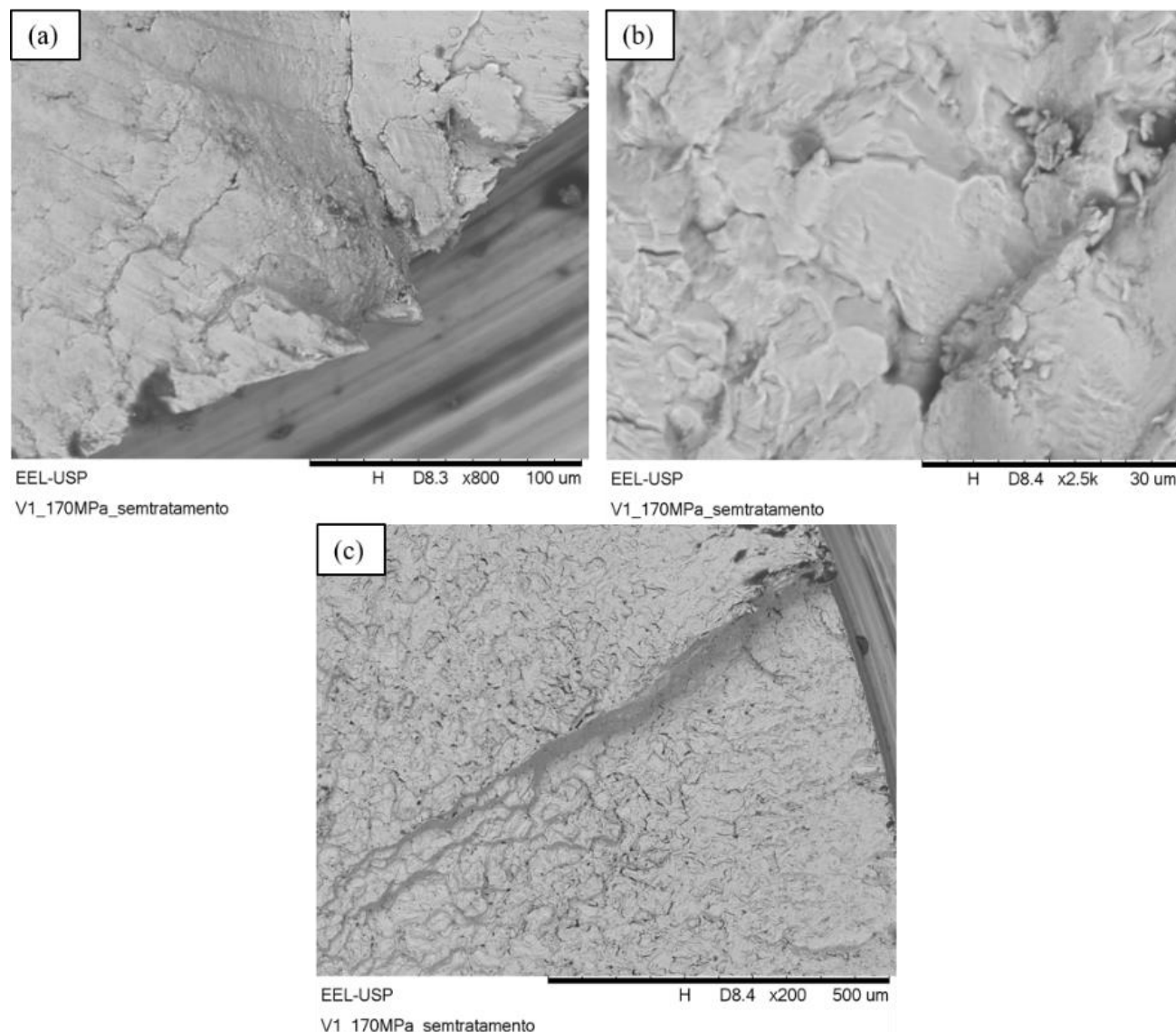
Na Figura 59 (a), (b) e (c) são identificadas as regiões onde ocorreram os pontos de nucleação na superfície e a região de propagação com trincas entre as estrias. A Figura 59 (d) aponta o mesmo micromecanismo de fratura observado em amostras não tratadas e nitretadas. Para a amostra ensaiada com tensão máxima de 170 MPa, as Figuras (a), (b) e (c) os aspectos referentes a nucleação, propagação e fratura final são similares aos observados para a tensão de 215 MPa.

Figura 59 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 215 MPa. (a) Região 1 Ampliação de 3000x. (b) Região 2. Ampliação de 2500x. (c) Região 2. Ampliação de 2500x. (d) Região 3. Ampliação de 1200x.



Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 60 - Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 170 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 800x. (b) Região 2. Ampliação de 2500x. (c) Região 3. Ampliação de 200x

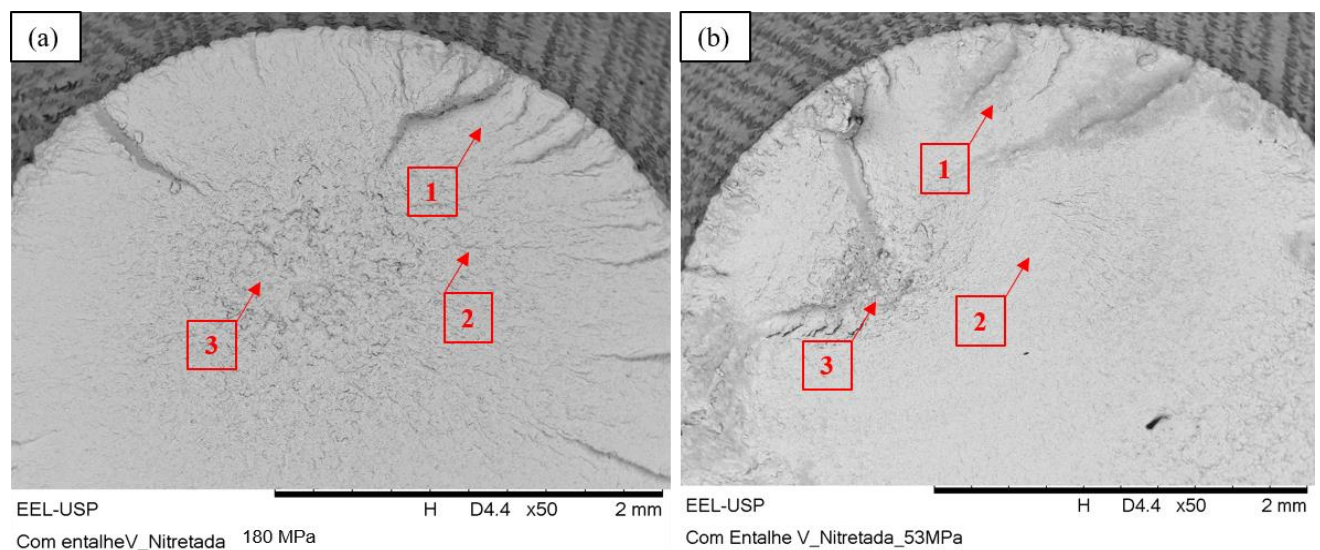


Fonte: Arquivo pessoal.

5.8.6 Análises fractográficas da superfície de fratura dos corpos de prova com entalhe tipo V, nitretados, dos ensaios de fadiga por flexão rotativa ($\sigma_{\text{máx}} = 180 \text{ MPa}$ e $\sigma_{\text{máx}} = 53 \text{ MPa}$)

As fractografias a seguir expõem a superfície de fratura das amostras com entalhe tipo V, nitretadas, ensaiadas à tensão máxima de 180 MPa, com vida em fadiga de 24.500 ciclos referentes às Figuras 61 (a) e Figura 62 (a) a (d), e 53 MPa com vida em fadiga de 312.000 ciclos destacadas nas Figuras 61 (b) e Figura 63 (a) a (d).

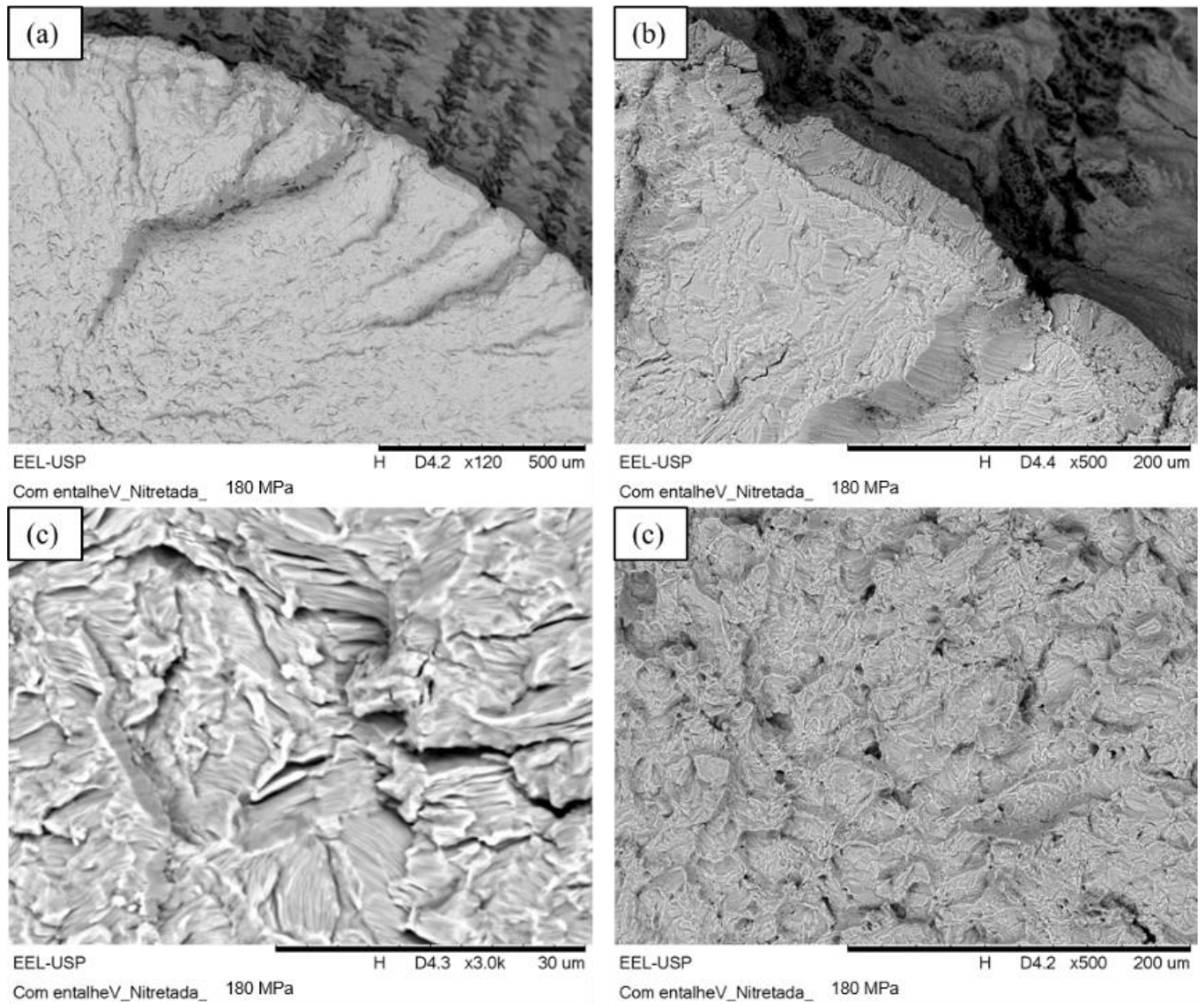
Figura 61- Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 180 MPa (a) e 53 MPa (b). Ampliações de 50x.



Fonte: Arquivo pessoal.

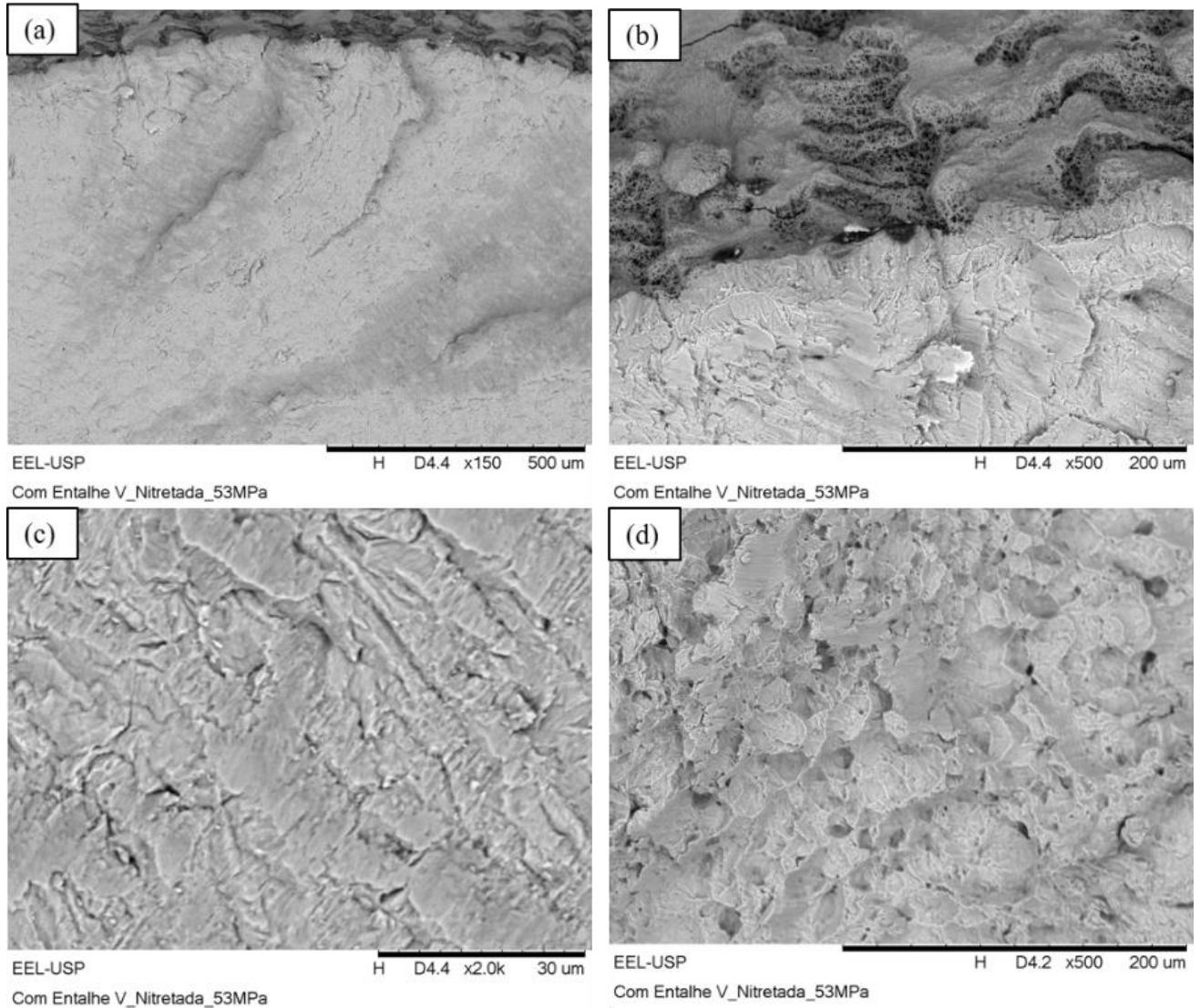
Nota-se um comportamento similar ao observado nas amostras nitretadas com o entalhe tipo U, com o processo de nucleação influenciado pelas trilhas oriundas da passagem da varredura do feixe de Laser. Em ambas as tensões foram identificadas as estrias características da falha por fadiga, com uma região de propagação com características de comportamento frágil e uma pequena região de fratura com micromecanismo dúctil. Também se observa, a exemplo de outras amostras analisadas neste trabalho, a presença contínua de microtrincas secundárias, como observadas nas Figuras 62 e 63 (c). Este comportamento foi descrito por Gauthier *et al.* (1973), onde a microtrinca se abre em uma cavidade devido à remoção de uma partícula de segunda fase ou até mesmo pela concentração de deformação localizada. Neste caso, podem, inclusive, contribuir para a redução da vida em fadiga (GAUTHIER *et al.*,1973).

Figura 62- Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 180 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 120x. (b) Região 1. Ampliação de 500x. (c) Região 2. Ampliação de 3000x. (d) Região 3. Ampliação de 500x.



Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 63- Fractografia obtidas por MEV dos corpos de prova com entalhe tipo V, ensaiados sob 53 MPa. (a) Região 1. Ampliação de 150x. (b) Região 1. Ampliação de 500x. (c) Região 2. Ampliação de 2000x. (d) Região 3. Ampliação de 500x.



Fonte: Arquivo pessoal

6 CONCLUSÕES

Diante dos resultados obtidos, observa-se que as amostras analisadas apresentaram grãos equiaxiais, com predominância de fase α e tamanho médio de 10,44 μm , com a presença de maclas.

Com relação ao tratamento superficial de nitretação via laser, houve a formação de nitretos, identificados tanto pela coloração dourada dos corpos de prova, como pela análise de raio-X com a formação das fases TiN_x não-estequiométrico e óxidos de titânio. A espessura da camada formada, tanto para a potência de 100 W como para 80 W, apresentou valores de 2,14 $\mu\text{m} \pm 0,44$ e 2,12 $\mu\text{m} \pm 0,60$, respectivamente.

A dureza da amostra P100V30, potência de 100 W e velocidade de 30 mm/s, elevou-se em 80 % quando comparada a amostra padrão. A rugosidade apresentou um aumento de $\text{RA} = 0,653$ da amostra padrão para $\text{RA} = 8,32$ e $9,19$, para as amostras submetidas a potência de 100W e 80W, respectivamente.

O comportamento em fadiga das amostras de titânio grau 2, sem tratamento, mostrou-se compatível com os dados encontrados na literatura com 350 MPa para 10^7 ciclos, na amostra sem entalhe, 140 MPa e 120 MPa, para os corpos de prova com entalhes do tipo V e U, respectivamente. Houve redução do limite nas amostras com entalhe não tratadas, em virtude da presença do entalhe. Entre os dois tipos de entalhe, o comportamento foi similar.

A condição escolhida para a nitretação nos corpos de prova de fadiga não contribuiu para uma melhora na resposta em fadiga das peças, uma vez que as modificações promovidas na superfície acarretaram a formação de diversos pontos para iniciação de trinca e reduções de 85,7 %, 68,8 % e 80 %, nos limites de fadiga para as amostras sem entalhe, com entalhe em U e entalhe em V, respectivamente. Ao comparar o tratamento do mesmo material com nitretação via gás, o laser mostrou maiores valores de redução do limite de fadiga, uma vez que para a nitretação via gasosa, pesquisadores do grupo de pesquisa deste projeto relataram redução de 42% e 50% para corpos de prova com e sem entalhe nitretados. Tal fato sugere a continuidade das investigações com outras potências e novas fontes de laser.

Com relação a sensibilidade ao entalhe, nas condições nitretadas, a presença dos diferentes entalhes não influenciou o comportamento em fadiga desse grupo de amostras.

Nas análises fractográficas observou-se a formação de trincas secundárias que contribuem para a redução da vida em fadiga.

REFERÊNCIAS

ALKHAZRAJI, H.; EL-DANAF, E.; WOLLMANN, M.; WAGNER, L.; Enhanced Fatigue Strength of Commercially Pure Ti Processed by Rotary Swaging. *Advances In Materials Science And Engineering*, [S.L.], v. 2015, p. 1-12, 2015. Hindawi Limited. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1155/2015/301837>. Acesso em: 20 fev 2020.

ANTUNES, A. M. B. S. et al. Effect of the interrupted aging heat treatment T6I4 on the tensile properties and fatigue resistance of AA7050 alloy. *Journal Of The Brazilian Society Of Mechanical Sciences And Engineering*, [s.l.], v. 41, n. 8, p.1-13, 12 jul. 2019. Springer Science and Business Media LLC. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1007/s40430-019-1821-9>. Acesso em: 2 jun. 2019.

ANTUNES, A. M. B. S. Estudo do comportamento em fadiga de alto ciclo das ligas de alumínio AA130 e AA7050 para aplicação aeronáutica. 197 f. Tese (Doutorado em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo – EEL/USP, Lorena, 2017.

ARCAM EBM. Titanium Grade 2. Disponível em: <http://www.arcam.com/wp-content/uploads/Arcam-Titanium-Grade-2.pdf> Acesso em: 24 ago. 2019.

ASM international handbook.Failure analysis and prevention. 9th ed. Metals Park: ASM International, 1986. v.11.

ASTM International. Standard Specification for titanium and titanium alloy, strip, sheet and plate. B 265 -08B, 2008.

ASTM Internacional. Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing. E 1823-09^a, 2009.

ASTM AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MTERIALS. E739-10 Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stres-Life (S-N) and Strain-Life (ϵ -N) Fatigue Data. In: ANNUAL book of ASTM standards. Philadelphia: ASTM, 2010.

BALTAR, C. A. M.; SAMPAIO, J. A.; ANDRADE, M. C. PINTO, D. C. Titânio: minerais de titânio. IN: Rochas e Minerais Industriais no Brasil: usos e especificações. 2.ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2008. p. 841-863.

BARBOSA, J. F.; CORREIA, J. AFO; JÚNIOR, RCS F.; ZHU, S. P.; DE JESUS, A. MP. Probabilistic S-N fields based on statistical distributions applied to metallic and composite materials: State of the art. Structural Integrity and Lifetime Prediction of Engineering Materials and Structures – Review. Advances Mechanical Engineering, v. 11, n. 8, p. 1-22, 2019.

BARBOZA, M. J. R.; MOURA NETO, C.; SILVA, C.M. Creep mechanisms and physical modeling for Ti-6Al-4V. Materials Science and Engineering A, v.369, p.201-209, 2004.

BARBOZA, M. J. R. et al. Creep behavior of Ti-6Al-4V and a comparison with titanium matrix composites. Materials Science and Engineering A, v. 428, p.319-326, 2006.

BERTO, F.; GALLO, P.; LAZZARIN, P. High temperature fatigue tests of un-notched and notched specimens made of 40CrMoV13.9 steel. Materials & Design, [s.l.], v. 63, p.609-619, nov. 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2014.06.048>. Acesso em: 28 mai 2019

BOSH, N.; MÜLLER, C.; MOZAFFARI-JOVEIN, H. Deformation twinning in cp-Ti and its effect on fatigue cracking. Materials Characterization, [s.l.], v. 155, p.1-11, set. 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2019.109810>. Acesso em: 27 jun. 2019.

BOYER, R. R. Attributes, characteristics, and applications of titanium and its alloys. The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society (TMS), v. 62, n. 5, p. 21-24, 2010.

BLACK, A.; COPLEY, S.; TODD, J. A new method for isolating plasma interactions from those of the laser beam during plasma nitriding. Materials Characterization, [s.l.], v. 134, p.143-151, dez. 2017. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2017.10.011>. Acesso em: 18 ago 2019.

BRUNETTE, D. M. et al. Titanium in Medicine: Material Science, Surface Science, Engineering, Biological Responses and Medical Applications, 1st ed. New York: Springer –Verlag Berlin Heidelberg, 2001.

CASTRO, M. C. et al. The Effect of Plasma Nitriding on the Fatigue Behavior of the Ti-6Al-4V Alloy. *Materials*, [s.l.], v. 520, n. 12, p.1-13, 9 fev. 2019. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC6384831/>. Acesso em: 17 set 2019.

CASTRO, M. C. Efeito da nitretação por plasma no comportamento em fadiga da liga Ti-6Al-4V. 86p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo, 2018.

CASTRO, J.T.P.; MEGGIOLARO, M A. Fadiga: técnicas e práticas de dimensionamento estrutural sob cargas reais de serviço, CreateSpace, 2009. v. 1-2.

CHAN, C. W. et al. Fibre laser nitriding of titanium and its alloy in open atmosphere for orthopaedic implant applications: Investigations on surface quality, microstructure and tribological properties. *Surface And Coatings Technology*, [s.l.], v. 309, p.628-640, jan. 2017. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.12.036>. Acesso em: 17 set 2019.

CAROU, D; RUBIO, E. M; AGUSTINA, B; MARIN, M. M. Experimental study for the effective and sustainable repair and maintenance of bars made of Ti-6Al-4V alloy. Application to the aeronautic industry. *Journal of Cleaner Production*, v. 164, p. 465-475, 2017.

CHUNXIANG, C; BAOMIM, H; LICHEN, Z; SHUANGJIN, L. Titanium alloy production technology, market prospects and industry development. *Materials and Design*, v. 32, p. 1684-1691, 2011.

DAI, J.J.; HOU, S. Q. Laser gas nitriding of titanium and titanium alloys. *Surface Review and Letters*. World Scientific Publishing Company. v. 16, n. 6, p. 786-796, 2009.

DNPM – GO/DF. Departamento Nacional de Produção Mineral Superintendência- GO/DF. Desempenho do setor mineral, 2018. Disponível em: <http://www.anm.gov.br/dnpm/publicacoes-economia-mineral/arquivos/desempenho-2018-ano-base-2017/view>. Acesso em: 19 jun. 2019.

DOWLING, N. E. *Mechanical Behavior of Materials*. England: Pearson Education Limited, 2013.

EFTEKHARI, M. et al. Processing and characterization of nanostructured Grade 2 Ti processed by combination of warm isothermal ECAP and extrusion. *Materials Science And*

Engineering: A, [s.l.], v. 703, p.551-558, ago. 2017. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.07.088>. Acesso em: 16 ago 2019.

EL-HOSSARY, F.M. et al. Tribo-mechanical and electrochemical properties of plasma nitriding titanium. Surface And Coatings Technology, [s.l.], v. 276, p.658-667, ago. 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.06.003>. Acesso em 16 ago 2019.

FANG, Z. Z; PARAMORE, J. D; SUN, P; CHANDRAN, K. S. R; ZHANG, Y; XIA, Y; CAO, F; KOOPMAN, M; FREE, M. Powder metallurgy of titanium – past, presente and future. International Materials Reviews, v. 63, n. 7, p. 407 – 459, 2018.

FAROKHZADEH, K.; EDRISY, A. Fatigue improvement in low temperature plasma nitrided Ti–6Al–4V alloy. Materials Science And Engineering: A, [s.l.], v. 620, p.435-444, jan. 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.008>. Acesso 4 dez 2019.

FAROKHZADEH, K.; EDRISY, A. 2.4 Surface Hardening by Gas Nitriding. Comprehensive Materials Finishing, [s.l.], p.107-136, 2017. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-12-803581-8.09163-3>. Acesso em 14 jun 2019.

FROES, F.H. Titanium: Physical Metallurgy, Processing and Applications. ASM Internacional. Jan, 2015.

GÄNSER, H.-p.; MAIERHOFER, J.; CHRISTINER, T. Statistical correction for reinserted runouts in fatigue testing. International Journal Of Fatigue, [s.l.], v. 80, p.76-80, nov. 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.05.015>. Acesso em: 15 jun 2019.

GARBACZ, H. et al. The effect of grain size on the surface properties of titanium grade 2 after different treatments. Surface And Coatings Technology, [s.l.], v. 335, p.13-24, fev. 2018. Elsevier BV.

GAUTHIER,P; RABAUDY, H. De; AUVINET, J. Secondary cracking process during fatigue crack propagation. Engineering Fracture Mechanics, Pergamin Press v. 5, p. 977-981., 1973.

ITA- USA, International Titanium Association. Disponível em <http://www.cvent.com/events/2019-mobile-titanium-usa-delegate-registration/event-summary-bf2a226140924eedb6f4bedba5997855.aspx> . Acesso em: 25 jun. 2019.

KANNATEY-ASIBU JUNIOR, E. Principles of Laser Materials Processing. Canada: Wiley, 2009. 810 p.

KAMAL, M.; RAHMAN, M.M. Advances in fatigue life modeling: A review. Renewable And Sustainable Energy Reviews, v. 82, p.940-949, fev. 2018. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2017.09.047>. Acesso 13 jun 2019.

KAMAT, A. M; COPLEY, S. M; TODD, J. A. Effect of CO2 laser-sustained nitrogen plasma on heat and mass transfer during laser-nitriding of commercially-pure titanium. In: WORLD CONFERENCE ON TITANIUM, 13, 2016. Proceedings. Cap. 153, p. 893 – 898, TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2016.

KAMAT, A. M.; COPLEY, S. M.; TODD, J. A. Effect of processing parameters on microstructure during laser-sustained plasma (LSP) nitriding of commercially-pure titanium. Acta Materialia, [s.l.], v. 107, p.72-82, abr. 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2016.01.051>. Acesso em: 19 jun 2019.

KAMAT, A. M. et al. Enhancement of CP-titanium wear resistance using a two-step CO 2 laser-sustained plasma nitriding process. Surface And Coatings Technology, [s.l.], v. 325, p.229-238, set. 2017. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.06.030>. Acesso em: 19 jun 2019.

KAMAT, A. M. et al. Laser-Sustained Plasma (LSP) Nitriding of Titanium: A Review. Coatings, [s.l.], v. 9, n. 283, p.1-22, 26 abr. 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.3390/coatings9050283>. Acesso em 19 jun 2019.

KERSCHER, E. Influence of microstructure and micro notches on the fatigue limit. Procedia Engineering, v. 14, p.210-217. Elsevier BV, 2014. DOI: 10.1016/j.proeng.2014.06.251

KIM, C.; LEE, D. G.. Effect of the holding time on the mechanical properties of gradient-hardened pure titanium. Applied Surface Science, [s.l.], v. 477, p.32-36, maio 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.02.228>. Acesso em: 19 jun 2019.

LEE, Y. et al. Fatigue Testing and analysis: Theory and Practice. Usa- Uk: Elsevier Butterworth-heinemann, 2005.

LI, H. et al. Surface modification by gas nitriding for improving cavitation erosion resistance of CP-Ti. *Applied Surface Science*, [s.l.], v. 298, p.164-170, abr. 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.01.152>. Acesso em 25 ago 2019.

LI, J. et al. Effect of pre-strain on fatigue crack growth behavior for commercial pure titanium at ambient temperature. *International Journal Of Fatigue*, [s.l.], v. 117, p.27-38, dez. 2018. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.07.036>. Acesso em 25 ago 2019

LING J, Pan J. A maximum likelihood method for estimating P-S-N curves. *Int J Fatigue* 1997;19(5):415–9. Disponível em: [http://dx.doi.org/10.1016/S0142-1123\(97\)00037](http://dx.doi.org/10.1016/S0142-1123(97)00037). Acesso em: 20 ago 2019.

LIU, J. et al. Surface nanocrystallization by ultrasonic nano-crystal surface modification and its effect on gas nitriding of Ti6Al4V alloy. *Materials Science And Engineering: A*, [s.l.], v. 736, p.335-343, out. 2018. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2018.08.089>. Acesso em 30 ago 2019.

LISIECKI, A.; PIWNIK, J. Tribological Characteristic of Titanium Alloy Surface Layers Produced by Diode Laser Gas Nitriding. *Archives Of Metallurgy And Materials*, [s.l.], v. 61, n. 2, p.543-552, 1 jun. 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1515/amm-2016-0094>. Acesso em 1 set 2019.

LIVESCU, V. et al. Microstructure insensitive twinning: A statistical analysis of incipient twins in high-purity titanium. *Materialia*, [s.l.], v. 6, n. 100303, p.1-15, jun. 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100303>. Acesso em 4 jun 2019.

LÜTJERING, G; WILLIANS, J.C. *Titanium*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2003. DOI 10.1007/978-3-540-71398-2

MAY, I. L. Case Studies of three fatigue failure evaluations in aircraft. *Procedia Engineering*, [s.l.], v. 2, n. 1, p.59-64, abr. 2010. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2010.03.006>. Acesso em 6 jun 2019.

MORAES, L. C.; SEER, H. J. *Titânio. Recursos Minerais de Minas Gerais On Line: síntese do conhecimento sobre as riquezas minerais, história geológica, meio ambiente e mineração de Minas Gerais*. Belo Horizonte: Companhia de Desenvolvimento de Minas Gerais (CODEMGE), 2018. Disponível em

http://recursomineralmg.codemge.com.br/substancias-minerais/titania/#Baum_2008

Acesso em: 21 jun. 2019.

NBR ISO 4287. Especificações geométricas do produto (GPS) – Rugosidade: Método do perfil – Termos, definições e parâmetros da rugosidade: NBR ISO 4287. Rio de Janeiro: ABNT, 2002, 18p.

NICHOLAS, T. Critical issues in high cycle fatigue. *International Journal of Fatigue*, v 21, S221-S231, 1999.

NIE, Baohua et al. Notch Effect on the Fatigue Behavior of a TC21 Titanium Alloy in Very High Cycle Regime. *Applied Sciences*, [s.l.], v. 8, n. 1614, p.1-13, 11 set. 2018. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.3390/app8091614>. Acesso em 8 ago 2019.

OLIVEIRA, V. M. C. A. et al. Creep behaviour of plasma nitrided Ti-6Al-4V alloy. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON CREEP AND FATIGUE AT ELEVATED TEMPERATURES, 9, 2012, London. Integrity of High Temperature Welds and Creep and Fatigue at Elevated Temperatures. London: University of Nottingham, UK, 2012. p. 278-283.

OLIVEIRA, V. M. C. A. et al. Short-term creep properties of Ti-6Al-4V alloy subjected to surface plasma carburizing process. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 4, p. 359-3669, 2015.

OLIVEIRA, V. et al. Nitride coatings improve Ti-6Al-4V alloy behavior in creep tests. *Materials Science and Engineering: A*, [s.l.], v. 670, p.357-368, jul. 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.06.041>. Acesso em 7 set 2019.

OLIVEIRA, V. et al. Plasma immersion ion implantation (PIII) influence on Ti-6Al-4V alloy: Frequency effect. *International Journal of Fatigue*, [s.l.], v. 109, p.157-165, abr. 2018. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.12.016>. Acesso em: 7 set 2019.

PALMA, K. M. S. Estudo do efeito da nitretação na resistência à fluência do titânio grau 2. 90 p. Dissertação (Mestrado em Ciências). Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo, 2016.

PERINA, G. B. Estudo do efeito da nitretação no comportamento em fadiga do titânio grau 2. 2015. Relatório de Iniciação Científica. Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2015.

PERINA, G. B. Estudo do efeito do entalhe no comportamento em fadiga do titânio grau 2. 2019. Trabalho de conclusão de curso. Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2019.

RAMOS, H. E. L.; FRANCO, A. R.; VIEIRA, E. A. Influence of plasma nitriding pressure on microabrasive wear resistance of a microalloyed steel. *Journal Of Materials Research And Technology*, [s.l.], v. 8, n. 2, p.1694-1700, abr. 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.07.025>. Acesso em 4 jun 2019.

REALUM Soluções em titânio e altas ligas. Titânio Grau 2. Disponível em: http://www.realum.com.br/titanio_3.php. Acesso em: 24 ago. 2019.

REIS, D. A. P. et al. Effect of environment on the creep behavior of the Ti-6Al-4V alloy. *Materials Science & Engineering. A, Structural Materials: properties, microstructure and processing*, v. 399, p. 276-280, 2005.

REIS, A. G. et al. Creep behavior study at 500°C of laser nitrided Ti-6Al-4V alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 2, p. 48-51, 2013.

REIS, D. A. P. et al. Effect of coating on the creep behavior of the Ti-6Al-4V alloy. *Materials Science & Engineering. A, Structural Materials: properties, microstructure and processing*, v. 486, p. 421-426, 2008.

REIS, A. G. et al. Influence of Laser Treatment on the Creep of the Ti-6Al-4V Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 42, p. 3031-3034, 2011.

ROMERO, C; YANG, F; BOLZONI, L. Fatigue and fracture properties of Ti alloys from powder-based processes – A review. *International Journal of Fatigue*, v. 117, p. 407-419, 2018.

RUFFING, C; GRAD, P; KLASSEN, M; MÜLLER, R; KERSCHER, E. Experimental and numerical investigation of the microstructural influence on the deformation behavior of notched cp-titanium specimens. *International Journal of Materials Research* v. 104 n. 6, p. 535-541, 2013.

SAJADIFAR, S.V. et al. Effect of grain size on the very high cycle fatigue behavior and notch sensitivity of titanium. *Theoretical And Applied Fracture Mechanics*, [s.l.], v. 104,

n. 102362, p.1-7, dez. 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.tafmec.2019.102362>. Acesso em 8 set 2019.

SANTOS, J. F. Perfil do Titânio. Relatório Técnico. Ministério de Minas e Energia –MME, 2010. Disponível em: http://www.mme.gov.br/documents/1138775/1256650/P16_RT36Perfil_do_Titxnio.pdf/90cfddec-0e1b-44bf-a01d-9e781507baeb Acesso em: 21 jun. 2019

SARMA, B.; CHANDRAN, K.S. Recent advances in surfasse hardening of titanium. JOM v. 63, p. 85. 2011 Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11837-011-0035-0> Acesso em 5 set 2019.

SCHAAF, P.; KASPAR, J.; HÖCHE, D. Laser Gas–Assisted Nitriding of Ti Alloys. Comprehensive Materials Processing, [s.l.], p.261-278, 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-08-096532-1.00912-2>. Acesso em 5 nov 2019.

SHAMSAEI, N. et al. Multiaxial fatigue of titanium including step loading and load path alteration and sequence effects. International Journal Of Fatigue, [s.l.], v. 32, n. 11, p.1862-1874, nov. 2010. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2010.05.006>. Acesso em 16 ago 2019.

SILVA, A. M. B. Estudo do comportamento em fadiga de alto ciclo das ligas de alumínio AA 6005 T6, AA 6063 T6 e AA 6351 T6. 2012. 155.p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2013.

SCHIJVE, J. Fatigue of Structures and Materials. New York: Kluwer Academic Publishers, 2004.

SPINDEL, J. E.; HAIBACH, E. The method of maximum likelihood applied to the statistical analysis of fatigue data. International Journal of Fatigue, p. 81-88, 1979.

SOUTO, C. A. Deposição direta de metal a laser para formação de liga de alta entropia AlCoCrFexNiVy (x=0 e x=1; y=0 e y=1) sobre substrato de aço carbono. 116 p. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de São Paulo – Instituto de Ciência e Tecnologia, 2019.

STEPHENS, R. L.; FATEMI, A.; STEPHENS, R.R.; FUCHS, H. O. Metal fatigue in engeneering, 2nd ed. New York: Jonh Wiley, 2001.

STRZELECKI, P.; MAZURKIEWICZ, A.; MUSIAŁ, J.; TOMASZEWSKI, T.; SŁOMION, M.. Fatigue Life for Different Stress Concentration Factors for Stainless Steel 1.4301.

Materials, [S.L.], v. 12, n. 22, p. 3677, 8 nov. 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.3390/ma12223677>. Acesso em: 5 mar 2021.

TOKAJI, K.; OGAWA, T.; SHIBATA, H. The effect of gas nitriding on fatigue behaviour in pure titanium. *Fatigue*, v. 16, p. 331-336, 1994

TOTTEN, G. Fatigue crack propagation. *Advanced materials & processes*. May, 2008.

WANG, Q et al. Effect of Surface Nanocrystallization on Fatigue Behavior of Pure Titanium. *Journal Of Materials Engineering And Performance*, [s.l.], v. 25, n. 1, p.241-249, 17 dez. 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1007/s11665-015-1819-0>. Acesso em 18 fev 2020.

WANG, W. et al. Laser nitriding and fusion of bonding porcelain coating on Ti surface. *Journal Of Alloys And Compounds*, [s.l.], v. 777, p.392-396, mar. 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.10.391>. Acesso em 17 jan 2020.

WEISS, M. P.; LAVI, E. Fatigue of metals – What the designer needs? *International Journal Of Fatigue*, [s.l.], v. 84, p.80-90, mar. 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.11.013>. Acesso em 18 fev 2020.

WOODRUFF, L.G., BEDINGER, G.M., PIATAK, N.M., 2017, Titanium, chap. T of Schulz, K.J., DeYoung, J.H., Jr., Seal, R.R., II, and Bradley, D.C., eds., *Critical mineral resources of the United States—Economic and environmental geology and prospects for future supply*: U.S. Geological Survey Professional Paper 1802, p. T1–T23. Disponível em: <https://doi.org/10.3133/pp1802T>. Acesso em 2 set 2019.

WRIEDT, H.A.; MURRAY, J.L. The N-Ti (nitrogen-titanium) system. *Bull. Alloy Phase Diagr.* v. 8, p. 378–388, 1987.

ZENG, Congyuan; WEN, Hao; ETTEFAGH, Ali Hemmasian; ZHANG, Bin; GAO, Juan; HAGSHENAS, Ali; RAUSH, Jonathan R.; GUO, S.M.. Laser nitriding of titanium surfaces for biomedical applications. *Surface And Coatings Technology*, [S.L.], v. 385, p. 125-135, mar. 2020. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125397>. Acesso em 14 jun 2019.

ZHAO, Z; TO, S; WANG, J. Effects of grains and twins on deformation of commercial pure titanium in ultraprecision diamond turning. *Journal of Materials Processing Tech*, v. 271, p. 10–22, 2019.

ZHANG, W; ZHU, Z; CHENG, C. Y. A literature review of titanium metallurgical processes. Hydrometallurgy, v. 108, p. 117-188, 2011.

ZERBST, U.; MADIA, M.; VORMWALD, M. Applying fracture mechanics to fatigue strength determination – Some basic considerations. International Journal Of Fatigue, [s.l.], v. 126, p.188-201, set. 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.05.009>. Acesso em 14 mai 2020.