



**INFLUÊNCIA DE NITRETAÇÃO À PLASMA SOBRE A RESISTÊNCIA  
À FADIGA DO AÇO API 5L GRAU B**

**ANTONIO JOSÉ DA SILVA JUNIOR**

**TESE DE DOUTORADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

Brasília, 01 de julho de 2016.

**FACULDADE DE TECNOLOGIA  
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**INFLUÊNCIA DE NITRETAÇÃO À PLASMA  
SOBRE A RESISTÊNCIA À FADIGA DO AÇO API  
5L GRAU B**

**ANTONIO JOSÉ DA SILVA JUNIOR**

**ORIENTADOR: JORGE LUIZ DE ALMEIDA FERREIRA**

**TESE DE DOUTORADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS**

**PUBLICAÇÃO: ENM – TD – 35/2016**

**BRASÍLIA/DF: JULHO – 2016**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**INFLUÊNCIA DE NITRETAÇÃO À PLASMA SOBRE A RESISTÊNCIA À FADIGA DO AÇO API 5L GRAU B**

**ANTONIO JOSÉ DA SILVA JUNIOR**

**TESE SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM CIÊNCIAS MECÂNICAS.**

**APROVADA POR:**

---

**Prof. Dr. Jorge Luiz de Almeida Ferreira, (ENM-UnB)  
(Orientador)**

---

**Prof. Dr. José Alexander Araújo, Ph.D, (ENM-UnB)  
(Examinador Interno)**

---

**Prof. Dr. Palloma Vieira Muterlle, Ph.D , (ENM-UnB)  
(Examinador Interno)**

---

**Prof. Dr. Edson Paulo da Silva, Dr. Ing., (ENM-UnB)  
(Examinador Externo)**

---

**Prof. Dr. Cassius Olivio Figueiredo Terra Ruchert, (EESC-USP)  
(Examinador Externo)**

**BRASÍLIA/DF, 01 DE JULHO DE 2016.**

## **FICHA CATALOGRÁFICA**

SILVA JUNIOR, ANTONIO JOSÉ DA

Influência de nitretação à plasma sobre a resistência à fadiga do aço API 5L grau B. [Distrito Federal] 2016.

xxv, 155 pág., 210 x 297 mm (ENM/FT/UnB, Doutor, Ciências Mecânicas, 2016).

Tese de Doutorado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Aço API 5L grau B

2. Propagação de trincas

3. Nitretação à Plasma

4. Resistência à fadiga

I. ENM/FT/UnB

II. ENM. TD-35/2016

## **REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA**

SILVA JUNIOR, A. (2016). Influência de nitretação à plasma sobre a resistência à fadiga do aço API 5L grau B. Tese de Doutorado em Ciências Mecânicas, Publicação ENM – TD–35/2016.

Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 155 p.

### **CESSÃO DE DIREITOS**

AUTOR: Antonio José da Silva Júnior.

TÍTULO: Influência de nitretação à plasma sobre a resistência à fadiga do aço API 5L grau B.

GRAU: Doutor

ANO: 2016

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta Tese de Doutorado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa Tese de Doutorado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

---

Antonio José da Silva Junior  
Quadra H casa 05, Granja do Torto.  
CEP: 70636-040 Brasília– DF – Brasil.

### **Dedicatória**

*À minha esposa Célia e aos meus filhos Bruno Willian e David Vinícius,  
pelo inestimável apoio, compreensão e por terem sido sempre  
amáveis e carinhosos durante toda a minha caminhada.*

## AGRADECIMENTOS

Por tudo, gostaria de prestar meus profundos agradecimentos a Deus e à minha família.

Ao meu orientador Professor Jorge Luiz de Almeida Ferreira por toda confiança a mim conferida, paciência, orientações e ajuda prestadas durante toda trajetória de meu trabalho.

À Professora Palloma Vieira Muterlle por toda orientação e apoio prestados ao longo do trabalho.

Agradecimentos à PETROBRAS pelo apoio financeiro, por meio do Programa Petrobras de Formação de Recursos Humanos-PFRH-224, que tornou possível a realização desse trabalho.

Agradeço também aos grandes amigos que me ajudaram, cada um à sua maneira, para a conclusão deste trabalho.

“Every hour of every day I'm learning more  
The more I learn, the less I know about before  
The less I know, the more I want to look around  
Digging deep for clues on higher ground” (Higher ground, UB40).

Muito obrigado a todos!

## RESUMO

Para se desenvolver aços de alta resistência para tubulações, requisitos como resistência mecânica e tenacidade cada vez mais rigorosos vem sendo considerado pelas indústrias petrolíferas. Para atender às exigências de mercado sem que haja perda de tenacidade e outras propriedades mecânicas esses aços precisam dispor de mecanismos de endurecimento e de aumento de resistência à fadiga. Uma das alternativas é a nitretação à plasma. Neste trabalho foram investigadas propriedades mecânicas como vida em fadiga, limite de resistência à fadiga, limiar de propagação de trincas e microdureza Vickers do aço API 5L Grau B o qual foi modificado superficialmente por meio de tratamento termoquímico de nitretação à plasma ou iônica. Neste contexto, verifica-se a importância de tratamentos térmicos ou termoquímicos de endurecimento superficial como nitretação à plasma para promover o retardo da nucleação e iniciação de trincas por fadiga. A nitretação à plasma tem sido largamente utilizada em muitas aplicações industriais por apresentarem melhorias nas propriedades mecânicas, tribológicas e químicas de diferentes materiais. Corpos de prova (Cp's) cilíndricos, tipo ampulheta e CT's (*Compact Tension Specimen*), foram usinados e nitretados para realização de ensaios. Os ensaios foram realizados em corpos de prova com e sem tratamento. Os parâmetros utilizados para nitretação à plasma foram tempos de tratamento de 8, 24 e 48 horas, a uma temperatura de 515°C com pressão de 2,6; 2,8 e 2,9 mbar, respectivamente, mistura gasosa de 80% vol.H<sub>2</sub> e 20% vol. N<sub>2</sub>. As propriedades das camadas nitretadas obtidas nas amostras foram avaliadas por meio de microdureza superficial, análise microestrutural com microscópio óptico e eletrônico de varredura (MEV), difratometria de raios X (DRX) para identificar as fases formadas nas camadas e para medição de tensões residuais, além de ensaios de fadiga para construção da curva S-N para cada tipo de camada. Avaliou-se também a propagação de trincas com controle de  $\Delta K$ , a fim de obter os valores do limiar de propagação de trincas,  $\Delta K_{th}$ . O material nitretado apresentou aumento de tensões residuais compressivas ganhos na faixa de 289%, 104,8% e 151,76%, aumento do limite de resistência à fadiga na faixa de 40%, ganho na microdureza Vickers na faixa de 200%, aumentos da vida em fadiga com ganhos significativos em todos os casos e aumentos do limiar de propagação de trincas  $\Delta K_{th}$  na faixa de 250%. Foi possível concluir, a partir dos resultados experimentais, que a nitretação à plasma, realizada em diferentes tempos de tratamento, influencia na resistência à fadiga e na dureza do aço API 5L grau B.

Palavras-chave: Nitretação à plasma, fadiga, aço API 5L grau B, baixo carbono.

## ABSTRACT

In order to develop high-strength steel for pipes, requirements such as strength and toughness increasingly stringent have been considered by the oil industry. To meet market requirements without loss of toughness and other mechanical properties, these steels must present hardening mechanisms and fatigue strength increase. One alternative is the plasma nitriding. In this work we investigated mechanical properties such as fatigue life, resistance limit to fatigue, crack propagation threshold and Vickers microhardness of API 5L Grade B steel which was superficially modified by thermochemical treatment of plasma nitriding or ion nitriding. In this context, we verify the importance of heat treatment or thermochemical treatment of surface hardening such as plasma nitriding to promote the delay of nucleation and fatigue crack initiation. The plasma nitriding has been widely used in many industrial applications because they have improved the mechanical, chemical and tribological properties of different materials. Cylindrical, hourglass-type and CT (Compact Tension) specimens were machined and nitrided for tests. The tests were performed on specimens with and without treatment. The parameters used for nitriding were as follows: treatment times of 8, 24 and 48 hours at a temperature of 515°C under pressure of 2.6, 2.8 and 2.9 mbar respectively, gas mixture of 80% vol. H<sub>2</sub> and 20% vol. N<sub>2</sub>. The properties of the nitrided layers obtained in the samples were evaluated by micro hardness, microstructural analysis with optical and scanning electron microscope (SEM), X-ray Diffraction (XRD) to identify the phases formed in layers and measurement of residual stress, besides fatigue tests and construction of the S-N curve for each type of layer. The crack propagation with  $\Delta K$  control was also evaluated in order to obtain the crack propagation threshold values,  $\Delta k_{th}$ . The nitrided material showed significant increases in compressive residual stresses with gains in the range of 289%, 104.8% and 151.76%, increase in fatigue strength limit in the range of 40%, gain on the Vickers hardness in the range of 200%, increases in the fatigue life with significant gains in all cases and increases on the crack propagation threshold  $\Delta k_{th}$  in the range of 250%. It can be concluded from the experimental results that the plasma nitriding, held at different times of treatment, influences on the fatigue resistance and hardness of the API 5L Grade B steel.

Keywords: plasma nitriding, fatigue, API 5L Grade B steel, low carbon.



## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO .....	1
1.1	DESCRIÇÃO DO ESTADO DA ARTE .....	2
1.2	OBJETIVO DO TRABALHO .....	5
1.3	ESTRUTURA DA TESE.....	5
2	REVISÃO TEÓRICA .....	6
2.1	AÇOS API 5L .....	6
2.1.1	Fabricação .....	6
2.1.1	Composição química .....	8
2.1.2	Propriedades Mecânicas .....	11
2.1.3	Testes de pressão hidrostáticos .....	11
2.1.4	Aços ARBL .....	14
2.2	NITRETAÇÃO .....	15
2.2.1	Nitretação gasosa .....	16
2.2.2	Nitretação líquida .....	17
2.2.3	Nitretação iônica ou à plasma .....	18
2.2.3.1	Vantagens da Nitretação à Plasma .....	24
2.2.3.2	Composição da camada nitretada em função dos parâmetros de processos .....	27
2.3	CONCEITO DE FADIGA .....	30
2.3.1	Estágios do processo de fadiga .....	31
2.3.1.1	Nucleação da trinca .....	32
2.3.2	Métodos de previsão da vida em fadiga .....	36
2.3.2.1	Método Tensão x Vida (S-N) ou de Wöhler .....	37
2.3.2.2	Método da Mecânica de Fratura Linear Elástica (MFLE) .....	38
2.3.2.3	Determinação da curva S-N .....	38
2.4	MECÂNICA DA FRATURA.....	41
2.4.1	Mecânica da Fratura Linear Elástica .....	44
2.4.2	Modos de abertura de trincas .....	45
2.4.3	Fator de Intensidade de Tensão .....	45
2.4.4	Tenacidade à Fratura .....	48
2.4.5	Zona Plástica na Região da Trinca .....	48
2.4.6	Campo de Validade da Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE) .....	50

2.4.7	Propagação de trincas por fadiga .....	51
2.4.8	Diagrama para o crescimento de trincas por fadiga .....	53
2.4.9	Influência da Razão de Carregamento .....	55
2.4.10	Variáveis do Ensaio de Propagação de Trincas .....	56
3	MATERIAIS E MÉTODOS .....	58
3.1	MATERIAIS E EQUIPAMENTOS UTILIZADOS .....	58
3.1.1	Aço API 5L Grau B.....	58
3.1.1.1	Composição química do aço API 5L Grau B.....	58
3.1.2	Corpos de prova para ensaios de fadiga.....	59
3.1.3	Corpos de prova para os ensaios de propagação de trincas .....	63
3.1.3.1	Orientação .....	65
3.1.4	Nitretação à plasma .....	67
3.1.5	Caracterização microestrutural.....	68
3.1.6	Análise de microdureza.....	70
3.1.7	Ensaio de fadiga.....	71
3.1.8	Equipamentos utilizados nos ensaios de fadiga .....	73
3.1.9	Ensaio de propagação de trincas por fadiga.....	73
3.1.10	Crítérios para validação dos ensaios .....	74
3.1.11	Curva da/dN versus $\Delta K$ .....	75
3.1.12	Leitura do tamanho da trinca.....	76
3.1.13	Determinação das fases do diagrama Fe-C por difratometria de raio X.....	77
3.1.14	Determinação de tensões residuais.....	77
4	RESULTADOS.....	78
4.1	PROPRIEDADES MECÂNICAS .....	78
4.2	MICROESTRUTURA DO AÇO API 5 L GRAU B COMO RECEBIDO.....	78
4.3	MICROESTRUTURA DO AÇO API 5L GRAU B NITRETADO À PLASMA.....	81
4.3.1	Microestrutura do aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas. ....	82
4.3.2	Microestrutura do aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas. ....	84
4.3.3	Microestrutura do aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas. ....	87
4.4	MICRODUREZA VICKERS DAS AMOSTRAS .....	92
4.5	DETERMINAÇÃO DAS FASES POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X.....	96
4.6	DETERMINAÇÃO DE TENSÃO RESIDUAL POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X.....	100
4.7	RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FADIGA .....	102

4.7.1	Fadiga no aço API 5 L Grau B sem tratamento .....	102
4.7.2	Fadiga no aço API 5 L Grau B nitretado durante 8 horas .....	104
4.7.3	Fadiga no aço API 5 L Grau B nitretado durante 24 horas .....	106
4.7.4	Fadiga no aço API 5 L Grau B nitretado durante 48 horas .....	107
4.8	RESULTADOS DOS ENSAIOS DE PROPAGAÇÃO DE TRINCA .....	111
4.8.1	Ensaio de propagação de trincas no aço API 5 L Grau B sem tratamento ....	112
4.8.2	Ensaio de propagação de trincas no aço API 5 L Grau B nitretado durante 8 horas	113
4.8.3	Ensaio de propagação de trincas no aço API 5 L Grau B nitretado durante 24 horas	115
4.8.4	Ensaio de propagação de trincas no aço API 5 L Grau B nitretado durante 48 horas	117
4.9	COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE PROPAGAÇÃO DE TRINCA .....	119
4.9.1	Comparação entre os resultados, na região I (limiar de propagação), do aço sem tratamento e dos aços nitretados durante 8, 24 e 48 horas .....	119
4.9.2	Comparação entre os resultados, na região II, do aço sem tratamento e dos aços nitretados durante 8, 24 e 48 horas.....	123
5	ANÁLISE DE RESULTADOS .....	127
5.1	ANÁLISE DOS RESULTADOS DE TENSÕES RESIDUAIS.....	127
5.2	COMPARAÇÃO ENTRE OS RESULTADOS DE MICRODUREZA VICKERS	128
5.3	ANÁLISE FRATOGRÁFICA DAS SUPERFÍCIES DE FRATURA .....	131
6	CONCLUSÕES.....	135
6.1	PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS .....	137
	REFERÊNCIAS .....	138
	ANEXO A: Propriedades mecânicas para tubos segundo API.....	145
	ANEXO B: Composição química dos tubos de aço segundo API .....	149
	APÊNDICE A: MEDIDAS DAS CAMADAS NITRETADAS .....	152

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Tubos fabricados com aço API 5L grau B.....	6
Figura 2.2: Gasoduto de Cabiúnas-Macaé-Duque de Caxias .....	7
Figura 2.3:Efeito do teor de carbono nas curvas de temperatura de transição de aços. (HULKA, 2001). .....	8
Figura 2.4: Processos comuns de nitretação em aços. (ALVES JR., 2001).....	16
Figura 2.5. Início da preparação das peças para nitretação à plasma (IONITECH, 2015)..	20
Figura 2.6. Peças preparadas catodicamente (IONITECH, 2015).....	20
Figura 2.7. Fechamento da câmara do reator (IONITECH, 2015).....	21
Figura 2.8. Reator fechado com tampa preparada anodicamente (IONITECH, 2015). .....	21
Figura 2.9. Início de ionização e limpeza das peças gerando o efeito luminoso (IONITECH, 2015).....	22
Figura 2.10. Segunda fase, aquecimento das peças, íons bombardeiam a superfície das peças criando região de descarga brilhante, em seguida, numa terceira fase íons de nitrogênio se difundem a superfície das peças (IONITECH, 2015).....	22
Figura 2.11. Após difusão é formada a camada nitretada finalizando o processo .....	23
Figura 2.12. Peças nitretadas com proteção de rosca (IONITECH, 2015).....	23
Figura 2.13. Peça nitretada sem proteção da rosca (IONITECH, 2015). .....	24
Figura 2.14. Superfície nitretada durante 8 horas do aço API 5L Grau B.....	26
Figura 2.15: Desenho esquemático representando o aspecto macroscópico de peça após ruptura por fadiga, indicando o ponto de início da trinca e sua propagação. ....	32
Figura 2.16. Formação das bandas de deslizamento pela solitação cíclica e seu aspecto. Estágios de propagação de uma trinca de fadiga (ROSA, 2002).....	34
Figura 2.17:Curvas S-N esquemáticas para um aço maciço e uma liga de alumínio.....	39
Figura 2.18: Curvas de Wohler. (I) Aço apresentando um limite de fadiga e (II) liga não ferrosa (alumínio) onde não foi encontrado limite de fadiga. ....	41
Figura 2.19. Microcavidades na seção de ruptura (HANDBOOK, 1987).....	43
Figura 2.20. Facetas de clivagem, indicando o sentido de .....	43
Figura 2.21. Mecanismo de separação intergranular (HANDBOOK, 1987) .....	44
Figura 2.22. Diferentes modos de abertura em uma trinca (MANDAI, 2010).....	45
Figura 2.23: Coordenadas na ponta da trinca. ....	46
Figura 2.24: Distribuição elástica da tensão na região da trinca. ....	47
Figura 2.25: Esquema tridimensional da região da zona plástica. ....	49

Figura 2.26: Crescimento de trincas por fadiga (MANDAI, 2010). .....	52
Figura 2.27: Curva de propagação de trincas esquemática. ....	53
Figura 3.1: Chapa inicial (esquerda) e esquema de cortes (direita).....	59
Figura 3.2: Dimensões dos CP's segundo a norma .....	60
Figura 3.3: Representação do CP Cilíndrico tipo Ampulheta (mm). ....	61
Figura 3.4: Corpos de prova para ensaios de fadiga sem tratamento (a) e .....	61
Figura 3.5: Curva S-N característica dos ensaios de fadiga (ASTM E-739, 91R2004).....	63
Figura 3.6: Dimensões dos corpos de prova para o ensaio de Propagação de Trincas. ....	64
Figura 3.7: Orientação dos corpos de prova em relação ao.....	65
Figura 3.8: Esquema de corte para CP's de fratura. ....	66
Figura 3.9: Corpos de prova para ensaios de propagação de trincas sem tratamento (esquerda) e após nitretação à plasma (à direita).....	66
Figura 3.10: Equipamento de nitretação à plasma (NITRION, 2015).....	67
Figura 3.11. Corte de amostras para embutimento e micrografias sem tratamento (a).....	68
Figura 3.12. Microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	69
Figura 3.13. Microscópio confocal.....	70
Figura 3.14. Microdurômetro Future Tech.....	71
Figura 3.15: Limites para inclinação do plano da trinca .....	75
Figura 3.16: <i>Clip Gage</i> .....	76
Figura 3.17: Posições de encaixe do <i>clip gage</i> (ASTM E647, 2011).....	77
Figura 4.1: Imagem da Microestrutura do aço API 5L Grau B sem tratamento. ....	79
Figura 4.2: Microestrutura do aço API 5L Grau B sem tratamento. Ataque nital 2%. ....	79
Figura 4.3: Microestrutura do aço API 5L Grau B sem tratamento. Ataque nital 2%. ....	80
Figura 4.4: Microestrutura do aço API 5L Grau B sem tratamento. Ataque nital 2%. ....	80
Figura 4.5: Imagem da Microestrutura do aço nitretado por 8 horas. 100µm. ....	82
Figura 4.6: Microestrutura do aço nitretado durante 8 horas. Ataque nital 2%. 200x. ....	82
Figura 4.7: Microestrutura do aço nitretado durante 8 horas. Ataque nital 2%. 500x. ....	83
Figura 4.8: Microestrutura do aço nitretado durante 8 horas. Ataque nital 2%. 1000x. ....	83
Figura 4.9: Imagem da Microestrutura do aço nitretado por 24 horas. 100µm. ....	84
Figura 4.10: Microestrutura do aço nitretado durante 24 horas. Ataque nital 2%. 200x. ....	85
Figura 4.11: Microestrutura do aço nitretado durante 24 horas. Ataque nital 2%. 500x. ....	85
Figura 4.12: Microestrutura do aço nitretado durante 24 horas. Ataque nital 2%. 1000x. ....	86
Figura 4.13: Imagem da Microestrutura do aço nitretado por 48 horas. 100µm. Ataque ..	87

Figura 4.14:Microestrutura do aço nitretado durante 48 horas. Ataque nital 2%.200x. ....	88
Figura 4.15 Microestrutura do aço nitretado durante 48 horas. Ataque nital 2%.500x.....	88
Figura 4.16: Microestrutura do aço nitretado durante 48 horas. Ataque nital 2%.1000x. ..	89
Figura 4.17: Imagem I de microconstituente perlita após nitretação de 24 horas.....	89
Figura 4.18: Imagem II de perlita após nitretação de 24 horas. Ataque nital 2%. 4000x. ..	90
Figura 4.19: Imagem III microconstituente do aço após nitretação de 24 horas. Ataque nital 2%. 8000x.....	90
Figura 4.20: Aço API 5L grau B, ataque nital 2%, 200x, (a) Sem tratamento, (b) Nitretado durante 8 horas, (c) Nitretado durante 24 horas e (d) Nitretado durante 48 horas. ....	91
Figura 4.21: Microdureza vickers em função da profundidade do aço API 5L Grau B de 10 em 10 micra. ....	92
Figura 4.22: Microdureza vickers em função da profundidade do aço API 5L Grau B de 20 em 20 micra. ....	93
Figura 4.23: Microdureza vickers em função da profundidade do aço API 5L Grau B de 50 em 50 micra. ....	94
Figura 4.24: Curvas completas de microdureza vickers em função da profundidade do aço API 5L Grau B de 10 a 1000 micra. ....	95
Figura 4.25: Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra sem tratamento.	97
Figura 4.26: Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 8 horas de nitretação. ....	97
Figura 4.27: Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 24 horas de nitretação. ....	98
Figura 4.28: Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 48 horas de nitretação. ....	98
Figura 4.29: Comparação entre todos os espectros de DRX do aço sem tratamento e dos aços nitretados à plasma em cada caso citado. ....	99
Figura 4.30: Medida de tensão residual na amostra do aço sem tratamento. ....	100
Figura 4.31: Medida de tensão residual na amostra do aço nitretado por 8 horas.....	100
Figura 4.32: Medida de tensão residual na amostra do aço nitretado por 24 horas.....	101
Figura 4.33: Medida de tensão residual na amostra do aço nitretado por 48 horas.....	101
Figura 4.34: Curva S-N do Aço API 5L Grau B Sem tratamento. ....	103
Figura 4.35:Curva S-N do Aço API 5L Grau B Nitretado durante 8 horas. ....	105
Figura 4.36: Curva S-N do Aço API 5L Grau B Nitretado durante 24 horas. ....	106
Figura 4.37: Curva S-N do Aço API 5L Grau B Nitretado durante 48 horas. ....	108

Figura 4.38: Curvas S-N aço API 5L Grau B sem tratamento e nitretado à plasma durante 8, 24 e 48 horas.....	109
Figura 4.39: Limites de resistência à fadiga.....	110
Figura 4.40: Curva da/dN em função de $\Delta K$ experimental completa para o aço API 5 L grau B sem tratamento.....	112
Figura 4.41: Curva da/dN em função de $\Delta K$ região II do aço API 5L Grau B sem tratamento.....	112
Figura 4.42: Curva da/dN em função de $\Delta K$ para obtenção do $\Delta K_{th}$ do aço API 5 L grau B sem tratamento.....	113
Figura 4.43: Curva da/dN em função de $\Delta K$ experimental completa para o aço nitretado durante 8 horas. ....	114
Figura 4.44: Curva da/dN em função de $\Delta K$ região II do aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas. ....	114
Figura 4.45: Curva da/dN em função de $\Delta K$ para obtenção do $\Delta K_{th}$ do aço API 5 L grau B nitretado durante 8 horas. ....	115
Figura 4.46: Curva da/dN em função de $\Delta K$ experimental completa para o aço API 5L grau B nitretado durante 24 horas.....	115
Figura 4.47: Curva da/dN em função de $\Delta K$ região II do aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas. ....	116
Figura 4.48: Curva da/dN em função de $\Delta K$ para obtenção do $\Delta K_{th}$ do aço API 5 L grau B nitretado durante 24 horas. ....	116
Figura 4.49: Curva da/dN em função de $\Delta K$ experimental completa para o aço API 5L grau B nitretado durante 48 horas.....	117
Figura 4.50: Curva da/dN em função de $\Delta K$ região II do aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas. ....	117
Figura 4.51: Curva da/dN em função de $\Delta K$ para obtenção do $\Delta K_{th}$ do aço API 5 L grau B nitretado durante 48 horas. ....	118
Figura 4.52: Curva da/dN em função de $\Delta K$ no Limiar de Propagação para o aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas e sem tratamento. ....	119
Figura 4.53: Curva da/dN em função de $\Delta K$ no Limiar de Propagação para o aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas e sem tratamento. ....	120
Figura 4.54: Curva da/dN em função de $\Delta K$ no Limiar de Propagação para o aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas e sem tratamento. ....	120

Figura 4.55: Curvas na região I de propagação de trincas, aço API 5L Grau B sem tratamento e nitretado à plasma. ....	121
Figura 4.56: Valores Estimados para o Fator Intensidade de Tensões Limiar ( $\Delta K_{th}$ ) para o aço API 5L Grau B nitretado à plasma e sem tratamento. ....	122
Figura 4.57: Comparação entre as Curvas $da/dN$ em função de $\Delta K$ na região II de Propagação do aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas e do aço sem tratamento...	123
Figura 4.58: Comparação entre as Curvas $da/dN$ em função de $\Delta K$ na região II de Propagação do aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas e do aço sem tratamento.	123
Figura 4.59: Comparação entre as Curvas $da/dN$ em função de $\Delta K$ na região II de Propagação do aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas e do aço sem tratamento.	124
Figura 4.60: Curvas na região II de propagação de trincas, aço API 5L Grau B sem tratamento e nitretado à plasma. ....	125
Figura 4.61: Curvas completas para crescimento de trincas, sem tratamento e nitretadas à plasma. ....	126
Figura 5.1: Microdureza Vickers em função da profundidade da amostra .....	130
Figura 5.2: Superfície de fratura de um corpo de prova nitretado durante 24 horas ensaiado a uma tensão de 269 MPa e fraturado com 1,048E+06 ciclos.....	132
Figura 5.3: Imagem 1 do aspecto micrográfico dos estágios 1 e 2 de propagação de trincas, nucleação, “olho de peixe”, marcas de praia e estrias do corpo de prova nitretado durante 24 horas, ensaiado a uma tensão de 269 MPa e fraturado com 1,048E+06 ciclos.....	132
Figura 5.4: Imagem 1 ampliada do aspecto micrográfico dos estágios 1 e 2 de propagação de trincas, olho de peixe e estrias do corpo de prova nitretado durante 24 horas, ensaiado a uma tensão de 269 MPa e fraturado com 1,048E+06 ciclos. ....	133
Figura 5.5: Imagem 1 2ª ampliação, aspecto micrográfico dos estágios 1 e 2 de propagação de trincas, olho de peixe e estrias do corpo de prova nitretado durante 24 horas, ensaiado a uma tensão de 269 MPa e fraturado com 1,048E+06 ciclos. ....	133
Figura 5.6: aspecto micrográfico do estágio 3 de propagação de trincas, fratura catastrófica, marcas de arrancamento do corpo de prova nitretado durante 24 horas, ensaiado a uma tensão de 269 MPa e fraturado com 1,048E+06 ciclos. ....	134
Figura 0.1: Medidas da camada de compostos, aço nitretado durante 8 horas. ....	153
Figura 0.2: Medidas da camada de difusão, aço nitretado durante 8 horas.....	153
Figura 0.3: Medidas da camada de compostos, aço nitretado durante 24 horas. ....	154
Figura 0.4: Medidas da camada de difusão, aço nitretado durante 24 horas.....	154
Figura 0.5: Medidas da camada de compostos, aço nitretado durante 48 horas. ....	155



Figura 0.6: Medidas da camada de difusão, aço nitretado durante 48 horas ..... 155

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 Porcentagem do limite de escoamento para determinação do S. (API, 2012)...	12
Tabela 2.2. Algumas vantagens da nitretação à plasma comparadas a nitretação gasosa e a nitretação líquida em banhos de sal (NITRION, 2015).....	25
Tabela 3.1:Análise química do aço API 5L Grau B. ....	58
Tabela 3.2: Dimensões do CP Tipo Ampulheta. ....	60
Tabela 3.3: Tamanho necessário de uma amostra (ASTM E-739, 91R2004).....	62
Tabela 3.4: Replicações necessárias (ASTM E-739, 91R2004).....	62
Tabela 3.5. Dimensões dos corpos de prova para os ensaios de propagação de trinca. ....	66
Tabela 3.6: Níveis de tensão para os ensaios. ....	72
Tabela 3.7. Valores das constantes $C_i$ de acordo com as posições do <i>clip gage</i> .....	76
Tabela 4.1: Propriedades mecânicas do aço API5 L grau B (API, 2012) .....	78
Tabela 4.2: Medidas das camadas nitretadas e tamanho de grão. ....	81
Tabela 4.3: Tensões residuais e desvio padrão das amostras. ....	101
Tabela 4.4: Ciclos de vida em fadiga para o Aço API 5L Grau B sem tratamento.....	102
Tabela 4.5: Comportamento Estatístico das Vidas de Fadiga do Aço Sem tratamento. ...	103
Tabela 4.6 - Parâmetros de fadiga com os respectivos limites de confiança de 95% do aço sem tratamento.....	104
Tabela 4.7 - Limites de fadiga com os respectivos limites de confiança de 95% do Aço sem tratamento. ....	104
Tabela 4.8: Ciclos de vida em fadiga para o Aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas. ....	104
Tabela 4.9: Comportamento estatístico das vidas de fadiga do aço nitretado durante 8 horas. ....	105
Tabela 4.10: Parâmetros de fadiga com os respectivos limites de confiança de 95% do aço nitretado durante 8 horas. ....	105
Tabela 4.11: Limites de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95% do aço nitretado durante 8 horas. ....	106
Tabela 4.12: Ciclos de vida em fadiga do aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas. ....	106
Tabela 4.13: Comportamento estatístico das vidas de fadiga do aço nitretado durante 24 horas. ....	107

Tabela 4.14: Parâmetros de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95% do aço nitretado durante 24 horas.....	107
Tabela 4.15: Limites de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95% do aço nitretado durante 24 horas. ....	107
Tabela 4.16: Ciclos de vida em fadiga do aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas. ....	107
Tabela 4.17 - Comportamento Estatístico das Vidas de Fadiga do Aço nitretado durante 48 horas. ....	108
Tabela 4.18: Parâmetros de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95% do aço nitretado durante 48 horas.....	108
Tabela 4.19: Limites de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95% do aço nitretado durante 48 horas. ....	109
Tabela 4.20: Tensões de falha das vidas de fadiga do Aço API 5L Grau B com e sem tratamento de nitretação à plasma. ....	110
Tabela 4.21: Parâmetros experimentais de crescimento de trinca para o aço API 5L Grau B sem tratamento.....	112
Tabela 4.22: Parâmetros experimentais de crescimento de trinca, aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas. ....	114
Tabela 4.23: Parâmetros experimentais de crescimento de trinca para o aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas. ....	116
Tabela 4.24: Parâmetros experimentais de crescimento de trinca para o aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas. ....	118
Tabela 4.25: Coeficientes da Equação de Paris região II ( $\Delta a = 0,25$ mm).....	118
Tabela 4.26: Resultados do limiar de propagação.....	121
Tabela 4.27: Aumentos percentuais no valor do limiar do aço nitretado comparado ao aço sem tratamento.....	122
Tabela 5.1: Tensões residuais e desvio padrão das amostras. ....	127
Tabela 5.2: Microdureza Vickers de 0 a 100 $\mu\text{m}$ . ....	128
Tabela 5.3: Microdureza Vickers de 100 a 300 $\mu\text{m}$ . ....	128
Tabela 5.4: Microdureza Vickers de 300 a 1000 $\mu\text{m}$ . ....	129
Tabela 0.1. Requisitos para os resultados de ensaios de tração para tubos PSL 1 (API, 2012).....	145

Tabela 0.2: Requisitos para os resultados de ensaios de tração para tubos PSL 2 (API, 2012).....	147
Tabela 0.3: Cálculos das camadas de compostos e de difusão.....	152

## LISTA DE ABREVIACÕES

AIE	Agência Internacional de energia
ANP	Agência nacional de Petróleo
API	American Petroleum Institute
ARBL	Aços de alta resistência e baixa liga
ASTM	American Society for Testing and Materials
CMOD	Crack Mouth Opening Displacement
COD	Crack Opening Displacement
CT's	Compact Tension Specimen
DOT	Department of transportation
EPD	Estado Plano de Deformações
EPT	Estado Plano de Tensões
ERW	Soldagem por resistência elétrica
GASENE	Gasoduto da Integração Sudeste Nordeste
IF	Interstitial free
IIW	International Institute of Welding
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MFEP	Mecânica da fratura elastoplástica
MFLE	Mecânica da Fratura Linear Elástica
MPa	Megapascal
MTS	<i>Material</i> Testing Systems
PIB	Produto Interno Bruto
PIGs	Ferramenta com a finalidade de limpar o interior de dutos
Psi	Pound force per square inch- Libra por polegada quadrada
PSL	Product specification levels
SAE	Society of Automotive Engineers
SAW	Soldagem por arco submerso
UnB	Universidade de Brasília
UOE	Processo de fabricação de tubos
USC	Sistema de unidades dos Estados Unidos
XRD	Difração de raio X

## LISTA DE SÍMBOLOS

$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius
$^{\circ}\text{F}$	Graus Fahrenheits
$A$	Parâmetro da equação de Basquin refere-se a constantes do material
$a$	Tamanho de trinca superficial
$a_f$	Tamanho final da trinca
$a_i$	Tamanho inicial da trinca
$a_n$	Distância do centro do furo até a ponta da trinca do CT's
$B$	Espessura do CT's
$b$	é o expoente de resistência à fadiga (ou expoente de Basquim).
$C$	Constante da equação de Paris
C.V.	Covariância
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CE	Carbono equivalente
$C_e$	Valor referente a constante de Elber
$C_h$	Valor referente a constante de Hall
$CE_{IIW}$	Parâmetro do carbono equivalente do IIW
$CE_{Pcm}$	Parâmetro do carbono equivalente
$C_f$	Valor referente a constante de Forman
CFC	Cúbica de Face Centrada
CP	Corpo de prova
$C_p$	Valor referente a constante de Priddle
CPS	Contagem por segundo
$C_w$	Valor referente a constante de Walker
$d$	Diâmetro do corpo de prova tipo ampulheta
$D$	Diâmetro do furo do CT's
$D$	Diâmetro do tubo
$Da$	Diâmetro da área de garra do corpo de prova tipo ampulheta
$da/dN$	Taxa de propagação de trincas
$dt$	Diâmetro da área de teste do corpo de prova tipo ampulheta
$E$	Módulo de elasticidade
$\epsilon-N$	abordagem deformação-vida
$F$	Fator de forma

$f(a/W)$	Função adimensional de $a/W$
$f(\Delta K, a)$	Função que relaciona $\Delta K$ e $a$
Fe	Ferro
FeN	nitretos de ferro
Fe- $\alpha$	Ferrita
G	gradiente K normalizado para monitorar o comportamento da trinca
$G$	Taxa de liberação de energia
GPa	Giga Pascal
$h$	Altura do entalhe do espécime
HV	Microdureza Vickers
Hz	Hertz
in	Polegada
$J$	Integral J
$K$	Fator intensidade de tensões
$K_c$	Fator de intensidade de tensão crítico
keV	Kiloeletron-volt
$K_I$	Fator intensidade de tensões no modo I
$K_{IC}$	Tenacidade a fratura sob estado plano de deformação
$K_{II}$	Fator intensidade de tensões no modo II
$K_{III}$	Fator intensidade de tensões no modo III
$K_{m\acute{a}x}$	Fator de intensidade de tensão máxima
$K_{m\acute{i}n}$	Fator de intensidade de tensão mínimo
$K_Q$	Valor provisório de tenacidade a fratura
Ksi	Unidade do sistema inglês que equivale a 1000 psi
$K_t$	Concentrador de tensões
LE	Limite de escoamento
LR	Limite de resistência
$m$	Expoente da equação de Paris
mA	miliampères
mbar	milibar
$m_e$	Valor referente a constante de Élder
$m_f$	Valor referente a constante de Forman
$m_h$	Valor referente a constante de Hall
mm	milímetros

$m_p$	Valor referente a constante de Priddle
$m_w$	Valor referente a constante de Walker
N	Número de Ciclos de Fadiga
Nb	Nióbio
$N_f$	Número de ciclos até a falha
$P_h$	Valor referente a constante de Hall
$P_w$	Valor referente a constante de Walker
r	Raio de curvatura da ponta na trinca
$r$	Raio no sistema de coordenadas polares e na elipse
R	Razão de carregamento
$r_p$	Raio da zona plástica
Sa	Amplitude de Tensão
Se	Limite de Fadiga
$S_f$	Coefficiente de Resistência a Fadiga
$S_f$	Tensão de falha do material
$S_i$	Níveis de Tensão
SI	Sistema Internacional de unidades
S-N	Tensão-Vida
$S_{rt}$	Limite de resistência a tração
$S_y$	Tensão de escoamento do material
Ti	Titânio
$t_x$	Vetor tração ao longo do eixo x
$t_y$	Vetor tração ao longo do eixo y
$t_z$	Vetor tração ao longo do eixo z
$u$	Vetor deslocamento
$V_m$	Abertura da boca da trinca
W	Largura do espécime CT' s
$\alpha$ -Fe	Ferrita
$\Delta$	Varição entre duas grandezas similares
$\Delta K$	Varição do fator de intensidade de tensão
$\Delta K_{th}$	Limiar de propagação de trincas
$\mu$	Micro
$\sigma_1$	Tensão principal na direção 1



$\sigma_2$	Tensão principal na direção 2
$\sigma_3$	Tensão principal na direção 3
$\sigma_a$	Amplitude de Tensão cíclica
$\sigma_{esc}$	Tensão de escoamento
$\sigma_f$	Tensão limite de resistência à fadiga do material
$\sigma_{m\acute{a}x}$	Tensão máxima
$\sigma_{m\acute{i}n}$	Tensão mínima
$\sigma_n$	Tensão nominal
$\sigma_x$	Tensão na direção x
$\sigma_y$	Tensão na direção y
$\sigma_z$	Tensão na direção z
$\Omega$	Resistividade Elétrica Ohm
$\theta$	Ângulo
$\varepsilon$	Nitreto de Ferro Fe <sub>2-3</sub> N
$\gamma'$	Nitreto de Ferro Fe <sub>4</sub> N

## 1 INTRODUÇÃO

O presente estudo aborda a influência da nitretação à plasma sobre a resistência à fadiga do aço API 5L Grau B. O aço API 5L Grau B é um aço utilizado na fabricação de tubos utilizados pelas indústrias de petróleo. Os tubos para serem classificados como API, devem atender a requisitos de propriedades mecânicas, composição química, dimensional, peso, etc. (API, 2012). A propriedade que determina o grau do tubo é o limite de escoamento (LE) em Ksi, podendo ser classificado como grau A25, A, B e X (API, 2012). Os graus A25 e X são seguidos de dois dígitos que determinam o valor mínimo de escoamento especificado. Os graus X abrangidos pela norma API 5L são X42, X46, X52, X56, X60, X65, X70, X80 e graus intermediários (API, 2012). A especificação referente ao limite de resistência (LR) tem sido feita através da razão elástica (LE/LR). Em um aço de grau X-65 este valor será de 0,85, para o aço grau X-70 ou superior, o valor da razão elástica passa para 0,90 (AIE, 2013). O motivo da especificação da razão elástica é evitar fratura no sistema de tubulações durante os testes hidrostáticos necessários à aprovação do sistema. As chapas grossas de aço microligado grau API com razão elástica muito alta, acima de 0,90, tendem a apresentar efeito mola (*spring-back*) durante a conformação do tubo, prejudicando a produtividade do processo. Quanto mais baixo for esse valor, menor será a tendência ao aparecimento do efeito mola durante a conformação do tubo. Esta é uma ocorrência indesejável, onde a chapa que está sendo conformada não assume o formato desejado (MARRON, 1995). Por essa razão, os fabricantes de tubos geralmente limitam a razão elástica de chapas graus API 5L em torno de 90%. Outro tipo de aplicação onde a razão elástica é uma propriedade relevante está na construção de prédios resistentes a terremotos. Neste caso, os materiais devem apresentar baixa razão elástica, abaixo de 0,80, bem como dispersão restrita nos valores de limite de escoamento. Um baixo valor de razão elástica proporciona maior capacidade de deformação plástica ao aço, evitando a ruptura das vigas que sustentam prédios e construções por ocasião de um abalo sísmico (OHASHI, 1990). Nesse contexto, com a nitretação à plasma é possível melhorar propriedades de fadiga e fratura sem que haja mudança na razão elástica.

O objetivo dos testes hidrostáticos é identificar defeitos significativos não detectados na construção de dutos (API, 2012), que podem levar à falha. A pressão de teste hidrostático, situa-se na faixa de 1,1 a 1,5 vezes a pressão máxima de operação da linha, uma vez que a pressão máxima de operação admissível é limitada a 72% do limite de escoamento mínimo especificado do material. Nos Estados Unidos, por exemplo, o departamento de transportes (*“department of transportation - DOT”*) requer um teste hidrostático com uma

pressão mínima de 125% da pressão de operação durante oito horas. Portanto, as condições de carregamento devem ser estabelecidas e controladas com intuito de evitar que defeitos subcríticos existentes no material aumentem de tamanho e propaguem durante a realização do teste. Torna-se necessário estudar a natureza destes defeitos (trincas) e o potencial de crescimento das mesmas, permitindo assim controlar e prever seu crescimento estável.

O desenvolvimento de aços com melhores características como elevadas conformabilidade e propriedades mecânicas, bem como, baixos custos tem sido o grande desafio das indústrias de aços que atendem os setores petrolíferos (TELLES, 2003). Neste contexto, neste trabalho, busca-se a modificação superficial do aço API 5L GRAU B de modo a obter um aço com maior resistência à fadiga, porém, sem comprometer as propriedades de ductilidade e estampabilidade do material. O tratamento superficial de nitretação à plasma, realizado após processo de estampagem, tem como objetivo aumento de resistência mecânica superficial, promovendo maior endurecimento superficial, aumento de tensões residuais compressivas dentre outras melhorias nas propriedades mecânicas desse aço. Além disso, é possível avaliar e verificar a importância da modificação superficial propiciada pela nitretação à plasma no sentido de promover retardo da nucleação e iniciação de trincas por fadiga. Para tal, o aço API 5L Grau B foi nitretado à plasma durante três tempos diferentes, 8,24 e 48 horas, a uma temperatura de 515°C com pressão de 2,6 ; 2,8 e 2,9 mbar ,respectivamente, mistura gasosa de 80% vol.H<sub>2</sub> e 20% vol.N<sub>2</sub>.

## **1.1 DESCRIÇÃO DO ESTADO DA ARTE**

R.FONTANA, L.C.GERONIMO e V.A.FAVRE-NICOLIN, (2012) analisaram a corrosão do aço em amostras de Aço API 5L X70 retiradas de um tubo de transporte de gás natural. Amostras foram preparadas e passaram por um processo por nitretação a plasma. Foram preparados 30 corpos-de-prova, e cada 5 corpos de prova foram submetidos a um processo de tratamento termoquímico de nitretação com tempo de 6 horas e diferentes temperaturas de 380, 410,440,470,500,530°C sob um potencial de N<sub>2</sub> 20% e H<sub>2</sub> 80% para a mistura gasosa da nitretação. Observaram o comportamento da corrosão nas superfícies de corpos de prova após o processo de nitretação a plasma no decorrer do tempo de 5h. Nos ensaios verificou-se um aumento na resistência à corrosão do aço após o tratamento de nitretação a 410°C, principalmente com a presença de uma camada branca e formação de nitreto  $\epsilon$ .

A H BOTT, , *et al.*, (1998) estudaram o efeito do hidrogênio nas propriedades mecânicas do aço grau API 5L X-65 de alta resistência e baixa liga nitretado ionicamente por plasma. Foram determinadas propriedades mecânicas em tração uniaxial e em fadiga do aço do substrato, com e sem revestimento, com e sem hidrogênio. Foi mostrado que a nitretação iônica por plasma produziu camadas superficiais com dureza superior àquela do aço do substrato e tensão residual de compressão na camada nitretada. Isto resultou em um aumento na tensão limite de escoamento, na tensão limite de resistência à tração e importante melhoria na vida em fadiga do aço, mesmo quando contaminado com hidrogênio. Concluíram ser vantajoso o uso do tratamento de nitretação por plasma no que se refere à fragilização pelo hidrogênio, além disso, concluíram que a alta dureza na camada nitretada resulta em importante melhoria na vida em fadiga do aço, mesmo quando contaminado com hidrogênio.

NAKONIECZNY,(2006) realizou estudo sobre efeito da nitretação em aço baixa liga 40HM (4140) e 38HMJ em diferentes condições a 550°C e 620°C durante 4 e 16 horas, respectivamente, foi constatado que houve aumento da resistência à fadiga em ambos os casos, sendo que, o aumento da resistência da vida em fadiga mais significativo foi observado no aço 40HM chegando a 50% nesse caso.

SIRINA, SIRINB e KALUC, (2007) estudaram os efeitos do processo de endurecimento de superfície por nitretação no comportamento em fadiga do aço AISI 4340 de baixa liga. Foram investigados sob diferentes parâmetros do processo, incluindo tempo e temperatura. As condições utilizadas nessa pesquisa com o aço AISI 4340 foram o tempo de (2,4,8 e 16 h) e temperatura (500,520,540°C). Verificou-se que o tratamento superficial por nitretação melhorou as propriedades mecânicas do material como a resistência à fadiga e o limite de fadiga, dependendo da profundidade das camadas em cada caso. Melhora nas propriedades mecânicas do aço tratado chegaram a 91 % na resistência à fadiga quando comparados ao aço sem tratamento.

KAZUHIRO YAGITA e CHIKARA OHKI, (2010) realizaram estudo sobre nitretação a plasma em aços M50 e M50Ni de alta liga usados em componentes de rolamentos. As amostras foram submetidas a um tratamento a 480°C durante 30 horas; durante este curso, numa atmosfera de gases ( $N_2: H_2: CH_4 = 79:80:1$ , razão em volume) foi introduzido no forno, a fim de formar nitretos. O  $CH_4$  foi adicionado à mistura de gás para evitar diminuição na concentração de nitrogênio em torno da superfície de corpos de prova durante a nitretação concluíram que após nitretação à plasma, o material apresentou maior dureza da superfície, aumentando a resistência a danos em torno de 60%, apresentando vida útil mais longa e maior resistência a fadiga, quando comparados ao mesmo material sem tratamento.

SOLEIMANI et al, (2012), pesquisaram os efeitos dos parâmetros de nitretação a plasma, incluindo temperatura e do tempo, sobre a microestrutura e resistência à fadiga a frio do aço ferramenta temperado e revenido DIN 1.2210. As microestruturas dos materiais de base e da camada nitretada foram analisados em pormenor por microscopia óptica e análise de difração de raios- X (XRD). Ensaios foram realizados para determinar a dureza da superfície em função da profundidade. Os ensaios de fadiga foram realizados usando uma máquina de dobra de rotação. Os resultados indicaram que o processo de nitretação por plasma levou a um aumento considerável dos valores da resistência de microdureza e fadiga. Além disso, a força máxima a fadiga foi atingida após a nitretação de plasma a 550°C durante 6h, o que fez atingir um aumento na vida em fadiga das amostras em cerca de 67%. Constatou-se também que a nucleação de trincas por fadiga nas amostras nitretadas à plasma teve sua formação após a camada nitretada, encontrando o chamado 'fish eye', ou olho de peixe.

MANFRIDINI, (2014) realizou estudo que avaliou a estrutura e a resistência mecânica de aços com baixíssimas concentrações de átomos de carbono e nitrogênio livres, denominados *IF*, modificados superficialmente por processo de nitretação à plasma, bem como avaliou a influência do encruamento prévio por *shot peening* no processo de nitretação. O estudo foi desenvolvido em sistemas nitretados à plasma nas temperaturas de 500°C, 475°C e 450°C durante quatro horas nas amostras de aço *IF* com e sem *shot peening*. Avaliou também a resistência mecânica a partir de ensaios de ultramicrodureza e nanodureza nos materiais modificados. Concluiu-se que o tratamento de nitretação à plasma proporcionou aumentos de aproximadamente 2 vezes na dureza superficial dos aços *IF*. Além disso, a nitretação a plasma permitiu o endurecimento em profundidades de até 590  $\mu\text{m}$  na temperatura de 500°C durante 4 horas de tratamento. Concluiu-se também que a nitretação à plasma alterou o comportamento tribológico dos aços *IF* em todas as temperaturas de tratamento. A nitretação a plasma modificou o comportamento tribológico nos aços *IF*, introduzindo um estado estacionário com altos valores de coeficiente de atrito em menores distâncias de deslizamento que foi associada à maior concentração de nitrogênio existente em menores profundidades.

## 1.2 OBJETIVO DO TRABALHO

O presente trabalho é de natureza experimental e visa apresentar contribuição sobre o estudo da influência de nitretação à plasma sobre a resistência à fadiga do aço API 5L grau B. Em particular, o trabalho trata do levantamento da curva de Wöhler ou S-N, análise da vida em fadiga, levantamento da curva de propagação de trincas , ou seja,  $da/dN$  x  $\Delta K$  , taxa de propagação de trincas por fadiga em função da variação do fator de intensidade de tensões, determinar a variação do fator de intensidade de tensão no limiar delta k threshold ( $\Delta K_{th}$ ), levantar perfil de dureza do material sem tratamento e nitretado à plasma.

## 1.3 ESTRUTURA DA TESE

Esta Tese encontra-se estruturada em seis capítulos. A revisão teórica é abordada no segundo capítulo, onde é feita uma revisão sobre fadiga e nitretação. O terceiro capítulo refere-se aos métodos e procedimentos experimentais assim como a apresentação do problema de fadiga e as metodologias de projeto utilizadas para estimativa da vida e avaliação da resistência em fadiga. Essa parte encontra dividida em dois blocos: levantamento da curva S-N, levantamento da curva  $da/dN$  x  $\Delta K$ . Nesse capítulo 3 também são apresentadas as características dos materiais utilizados nos ensaios, detalhes dos tratamentos, planejamento dos testes, e métodos utilizados para obtenção dos dados para determinação das Curvas S-N e  $da/dN$  x  $\Delta K$ . O quarto capítulo refere-se à apresentação dos resultados e discussões acerca desses obtidos no programa experimental, microestrutura e etc. no quinto capítulo foram realizadas as análises de resultados e comparações entre o aço que foi nitretado e sem tratamento. Finalmente, no sexto capítulo, são apresentadas conclusões, considerações finais acerca dos resultados obtidos e propostas para trabalhos futuros.

## 2 REVISÃO TEÓRICA

### 2.1 AÇOS API 5L

#### 2.1.1 Fabricação

Aços API são aços fabricados conforme especificações do *American Petroleum Institute (API)*. Segundo a norma API 5L a fabricação de tubos é realizada basicamente de duas maneiras: sem costura e com costura. Nos dois casos a fabricação pode ser por laminação, extrusão, trefilação ou fundição, com ou sem adição de elementos de liga. Quando fabricado sem adição de metais os tubos podem ser soldados com costura contínua (Butt-Welded) ou soldagem por resistência elétrica (ERW), quando fabricados com adição de metais a soldagem será por arco submerso (SAW) ou soldagem por processo MIG/MAG (TELLES, 2003). Os tubos possuem diferentes utilizações como: Condutores (line pipes), geralmente, trabalham sob alta pressão interna ( $>10\text{MPa}$ ) estática e cíclica (tensões circunferenciais), possuem dimensões rigorosas visando facilitar a instalação e testes por PIGS (ferramenta auxiliar responsável por manutenção e limpeza no interior dos tubos), em geral o controle de qualidade desses tubos é bastante rigoroso; utilização em exploração nos revestimentos de poços de petróleo, onde a principal solicitação sofrida é longitudinal, sustentação da coluna, em geral, possuem extremidades com roscas; utilização estruturais, são tubos usados em estruturas metálicas de máquinas, prédios, pontes etc.. Esses possuem requisitos de propriedades e de controle de fabricação menos exigentes que os line pipe; utilizados em saneamento, também são condutores, porém com pressão interna mais baixa, bem como requisitos de propriedades e de controle de fabricação menos exigentes que os line pipe. (VIEIRA, 2010). Na figura (2.1) são apresentados tubos fabricados com aço API 5L grau B.

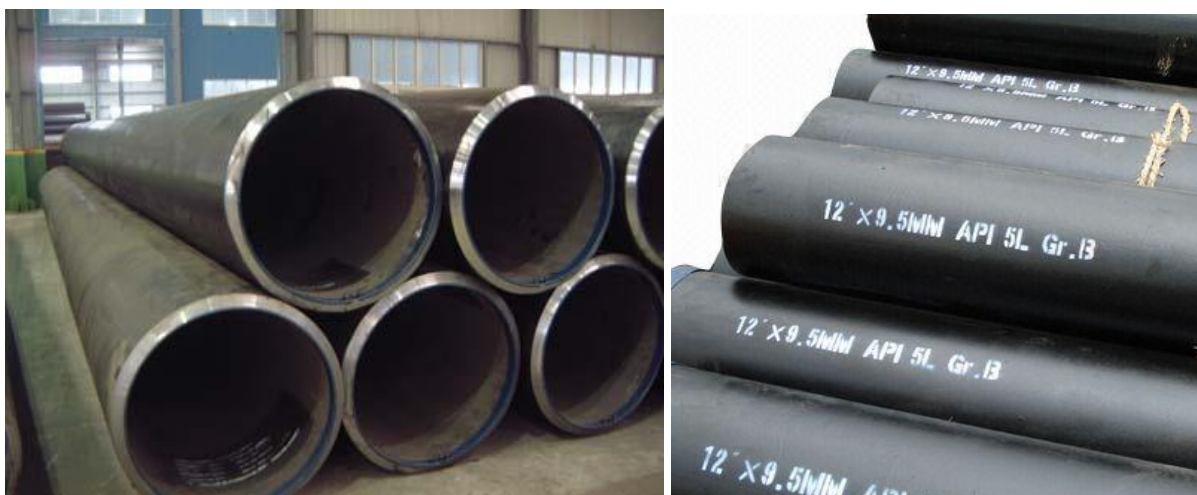


Figura 2.1. Tubos fabricados com aço API 5L grau B.

Na Figura 2.2 é ilustrada aplicação do aço API 5L no Gasoduto de Cabiúnas-Duque de Caxias.



Figura 2.2: Gasoduto de Cabiúnas-Macaé-Duque de Caxias

O comitê técnico do API mantém níveis básicos de requisitos técnicos para tubos de transporte expresso em dois níveis distintos de produção, PSL 1 e PSL 2. O nível PSL 1 fornece nível de qualidade padrão para tubos de transporte, enquanto o nível PSL 2, além do nível de qualidade padrão, tem requisitos adicionais obrigatórios para composição química, carbono equivalente (CE), propriedades de resistência, etc. (API, 2012).

Os aços API 5L laminados a quente são fornecidos em bobinas conforme a especificação API 5L. Essas bobinas são adequadas ao processo de fabricação de tubos soldados longitudinalmente pelo processo de resistência elétrica de alta frequência (ERW), de fabricação helicoidal ou longitudinalmente pelo processo de arco submerso (SAW).

Os tubos API 5L são classificados em graus A, B e X sendo que neste último caso o X é seguido por dois dígitos, que indicam o limite de escoamento do aço, em ksi, (API, 2012). De acordo com as exigências dos tubos, os graus API 5L A e B são usados em tubulações de baixa pressão ( $<10\text{MPa}$ ), enquanto os API 5L X42, X46, X52, X60, X70, X80 são utilizados em tubulações de alta pressão ( $\geq 10\text{MPa}$ ). Aços de alta resistência à tração são produzidos até o grau X120, o que possibilita a fabricação de tubos com maior pressão interna de trabalho com menores espessuras, o que pode resultar em menor custo de instalação das linhas, dependendo do projeto. Estes aços apresentam excelente soldabilidade, permitindo altas velocidades de aporte de calor durante a soldagem (FERNANDES, 2011).



### 2.1.1 Composição química

De acordo com a especificação API 5L, existem alguns requisitos que devem ser atendidos como limite de escoamento, limite de resistência à tração, composição química, entre outros. A composição química tem influência nas propriedades dos aços, os teores de alguns elementos por sua vez influenciam no processo de fabricação do aço-carbono, consequentemente dos tubos. A influência de alguns elementos será descrita como segue:

Carbono: O aumento na quantidade de carbono provoca, basicamente, um aumento na dureza, nos limites de escoamento e resistência do aço, por outro lado, provoca redução na ductilidade, através de redução no alongamento. À medida que se aumenta a quantidade de carbono também aumenta a temperabilidade (possibilidade de formação de martensita), o que torna a soldabilidade cada vez mais difícil, devido à tendência ao endurecimento e aparecimento de trincas nas soldas e na região termicamente afetada pela solda (TELLES, 2003). Nos casos de aços para tubos (API), o teor de carbono deve ser utilizado em menor quantidade possível para obter uma melhor soldabilidade (menor carbono equivalente), restringindo a susceptibilidade à trinca a frio na zona termicamente afetada (ZTA), também melhorando a tenacidade e ductilidade, já que a diminuição do teor de carbono reduz a temperatura de transição (Dúctil- Frágil), como mostrado na Figura 2.3 referente a ensaios de impacto realizados em amostras de aços com diferentes teores de carbono citado por HULKA, (2001).

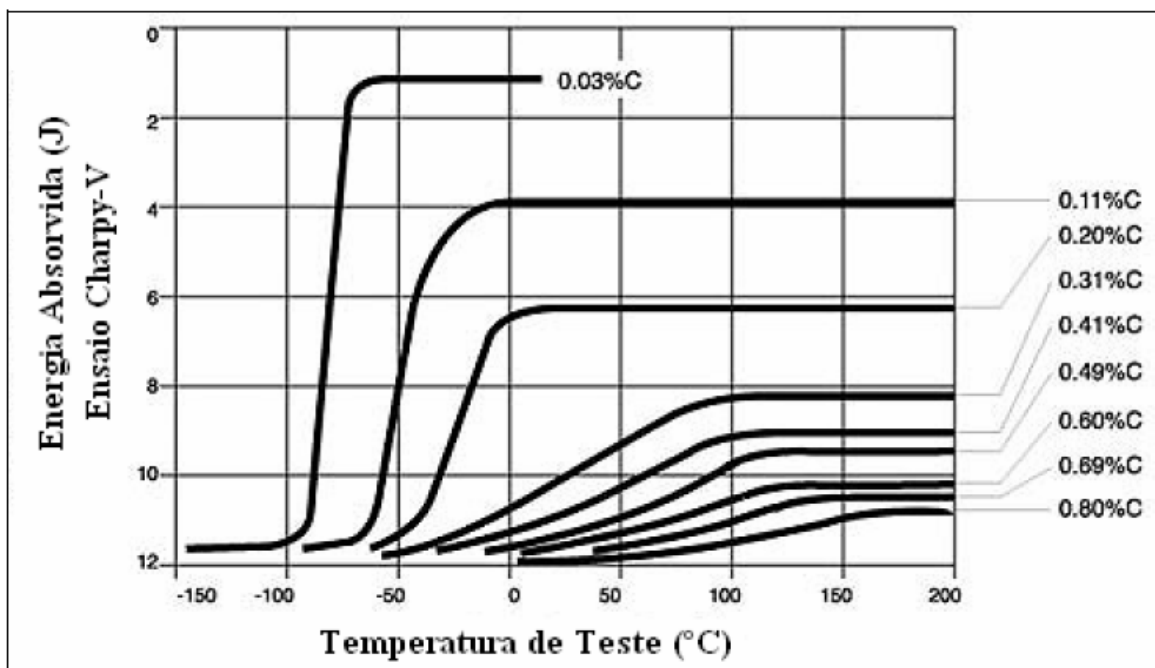


Figura 2.3: Efeito do teor de carbono nas curvas de temperatura de transição de aços. (HULKA, 2001).

Para tubos de nível PSL 2 é exigido um teor máximo de 0,24% de carbono, enquanto que para o PSL 1 é exigido um máximo de 0,28% de carbono. Para o nível PSL 2 será exigida, necessariamente, análise de teor de carbono equivalente máximo, já para o caso do PSL 1 a análise poderá ser realizada desde que requerida pelo cliente. Para os aços com pequena quantidade de carbono até 0,25%, aproximadamente, a soldabilidade se dá em função do teor do equivalente de carbono, quanto maior for esse índice mais difícil será a soldabilidade, portanto, é recomendável que esse índice seja inferior a 0,45 (TELLES, 2003).

**Manganês:** A adição de manganês favorece ao aumento na dureza e na resistência mecânica do aço, com menor prejuízo para a soldabilidade e ductilidade, nessas condições, a quantidade de manganês pode chegar na faixa de 1,6%. Além disso, o manganês também tem por finalidade, combater o efeito nocivo do enxofre e aumentar a tenacidade do aço, promovendo uma redução na temperatura de transição dúctil-frágil.

Elementos como Cr, Mo, V e Ni não são componentes normais dos aços – carbono, podendo estar presentes em pequenas quantidades como impurezas, principalmente nos aços oriundos de sucata. Quando presentes esses elementos tem grande influência na soldabilidade dos aços (TELLES, 2003).

O enxofre e o fósforo são elementos indesejáveis no aço pois prejudicam a qualidade do aço, geralmente, aparecem como impurezas. O enxofre pode causar fragilização a quente, além de prejudicar a soldabilidade. Em geral as normas limitam as quantidades de enxofre e fósforo a valores muito baixos, via de regra até 0,04% de enxofre e 0,035% de fósforo.

Silício e alumínio são elementos desoxidantes, que após combinarem com o oxigênio, removem bolhas de gás que se formam na solidificação do metal em fusão, devido aos gases dissolvidos no metal líquido. De acordo com as condições de desoxidação os aços podem ser classificados em:

Totalmente desoxidados, são os aços chamados de acalmados (fully-killed steel), nesses aços há uma completa eliminação das bolhas de gás, devido a quantidade de elementos desoxidantes inseridos.

Parcialmente desoxidados, são os aços chamados de semi-acalmados (semi killed steel), onde a quantidade de silício e alumínio inserida é insuficiente para uma total desoxidação.

Não desoxidados ou não acalmados também conhecidos como efervescentes (rimmed steel), não contém elementos desoxidantes.

O aço API 5L grau B é um aço-carbono, aço-carbono é uma liga de ferro e carbono contendo, teoricamente, entre 0,05 e 2,0% de carbono, entretanto, na prática, a quantidade de carbono não chega a ser superior a 1,5%, (TELLES, 2003), no aço API 5L grau B, considerado neste trabalho, a quantidade máxima de carbono é de 0,28%. Em geral, além do ferro e do carbono, os aços API contêm alguma quantidade de manganês, enxofre, fosforo, dependendo do grau, esses aços poderão apresentar, ainda, pequenas adições de elementos como vanádio, molibdênio, cromo etc. De acordo com o *American Petroleum Institute* para a produção de tubos nível PSL 1 e PSL2 com espessura  $t \leq 25,0$  mm (0.984 in), a composição química padrão deverá ser de acordo com a indicada pelo Instituto enquanto a composição química para as classes intermediárias deverá ser acordada, entre fornecedor e comprador, mas compatível com os dados também indicados pelo Instituto. Para produção dos tubos PSL 1 e PSL2 com  $t > 25,0$  mm (0.984 in), a composição química deverá ser acordada entre fornecedor e comprador, porém com os requisitos constantes em tabela desse Instituto podendo ser alterado conforme combinado (API, 2012).

Para tubos do nível PSL 2 é obrigatório que se faça análise adicional de carbono equivalente, no caso do PSL 1 essa análise não será obrigatória, mas pode ser feita desde que acordada entre fornecedor e comprador. A Equação (2.1) é conhecida como parâmetro do carbono equivalente ou fórmula de Ito-Bessyo. Foi desenvolvida na década de 60 no Japão especificamente para os aços com teor de carbono mais baixo (MALCOM, 2007). Para tubos PSL 2 com teor de massa de carbono menor ou igual a 0,12%, o carbono equivalente,  $CE_{Pcm}$ , deve ser determinado através da equação (2.1):

$$CE_{Pcm} = C + \frac{Si}{30} + \frac{Mn}{20} + \frac{Cu}{20} + \frac{Ni}{60} + \frac{Cr}{20} + \frac{Mo}{15} + \frac{V}{10} + 5B, \quad (2.1)$$

onde os símbolos para os elementos químicos representam o teor de massa em porcentagem. Se na composição química o teor de boro for inferior a 0,0005% não será necessário incluir boro para o cálculo do  $CE_{Pcm}$ , e o teor de boro deve ser considerado zero. Valores abaixo de 0,45% indicam boa soldabilidade metalúrgica dos aços, enquanto valores acima deste requerem alguns cuidados com relação a soldagem. Para tubos PSL 2 com teor de massa de carbono superior a 0,12%, o carbono equivalente deverá ser calculado pela equação (2.2)

essa equação é conhecida como fórmula do carbono equivalente do IIW (*International Institute of Welding*). Foi desenvolvida na década de 40 para aços normalizados com alto teor de carbono, entretanto pela vasta aplicação ainda é especificada pela API 5L. Valores abaixo

de 0,45% indicam boa soldabilidade metalúrgica dos aços, enquanto valores acima deste requerem alguns cuidados quando da soldagem (MALCOM, 2007). Aços API 5L atuais possuem o valor do carbono equivalente calculado com esta equação com resultados em torno de 0,35% ou menos. Alguns aços como o X80 possuem valor entre 0,40 a 0,45%.

$$CE_{IIW} = C + \frac{Mn}{6} + \frac{(Cr + Mo + V)}{5} + \frac{Ni + Cu}{15}, \quad (2.2)$$

onde os símbolos de cada elemento químico representam o teor de massa em porcentagem.

### 2.1.2 Propriedades Mecânicas

Os requisitos de ensaios de tração em tubos PSL1 e PSL 2 são apresentados no anexo A.

### 2.1.3 Testes de pressão hidrostáticos

Testes de pressão hidrostática devem ser realizados para todos os tamanhos de tubulação SMLS, e para tubos soldados com  $D \leq 457$  milímetros (18.000 in), o teste deve ser mantido em tempo não inferior a cinco segundos. Pressões de ensaio para tubos soldados com  $D > 457$  milímetros (18.000 in) devem ser mantidas em tempo não inferior a dez segundos. Para tubo com rosca e acoplamentos, o ensaio deve ser aplicado com os acoplamentos juntos, se acordado com comprador, exceto para tubos com  $D > 323,9$  milímetros (12.375 in), os quais podem ser testados com extremidade plana. Exceto para elementos de ligação (*jointers*), os tubos devem resistir ao teste hidrostático, sem exceção, através da costura de solda ou do corpo do tubo. Elementos de ligação (*jointers*) não precisam ser testados hidrostaticamente, uma vez que essas peças durante fabricação são testadas hidrostaticamente antes de entrarem em operação junto as tubulações.

Com principal objetivo de encontrar defeitos não detectados durante o processo de fabricação e da construção de dutos o que pode levar a falha estrutural, são realizados testes hidrostáticos exigidos de acordo com (API, 2012). A pressão de teste hidrostático, geralmente situa-se na faixa de 1,1 a 1,5 vezes a pressão máxima de operação da linha, uma vez que, a pressão máxima de operação admissível é limitada a 72% do limite de escoamento mínimo especificado do material. Nos Estados Unidos, por exemplo, o departamento de transportes (“*department of transportation - DOT*”) requer um teste hidrostático com uma

pressão mínima de 125% da pressão de operação durante oito horas. Portanto, as condições de carregamento devem ser estabelecidas e controladas com intuito de evitar que defeitos subcríticos existentes no material aumentem de tamanho e propaguem durante a realização do teste. Torna-se necessário estudar a

A pressão de teste hidrostático,  $P$ , em megapascal, para a tubulação de extremidade plana será determinada através da equação (2.3), com os resultados arredondados para uma aproximação de 0,1 MPa (10 psi):

$$P = \frac{2 \cdot S \cdot t}{D} \quad (2.3)$$

onde

$P$  é a pressão hidrostática,

$S$  é a pressão circunferencial, expressa em megapascal (libras por polegada quadrada), o equivalente a uma percentagem do limite de escoamento mínimo especificado para o tubo, como indicado na Tabela 2.1 anteriormente.

$t$  é a espessura de parede especificada, expressa em milímetros (polegadas);

$D$  é o diâmetro externo especificado, expresso em milímetros (polegadas).

Tabela 2.1 Porcentagem do limite de escoamento para determinação do S. (API, 2012).

Grau do tubo	Diâmetro externo $D$ mm (in)	Porcentagem do limite de escoamento mínimo especificado para determinação do S	
		Teste padrão	Teste alternativo
L175 or A25	≤ 141,3 (5.563)	60 <sup>a</sup>	75 <sup>a</sup>
L175P or A25P	≤ 141,3 (5.563)	60 <sup>a</sup>	75 <sup>a</sup>
L210 or A	Any	60 <sup>a</sup>	75 <sup>a</sup>
L245 or B	Any	60 <sup>a</sup>	75 <sup>a</sup>
L290 or X42 to L830 or X120	≤ 141,3 (5.563)	60 <sup>b</sup>	75 <sup>c</sup>
	> 141,3 (5.563) to 219,1 (8.625)	75 <sup>b</sup>	75 <sup>c</sup>
	> 219,1 (8.625) to < 508 (20.000)	85 <sup>b</sup>	85 <sup>c</sup>
	≥ 508 (20.000)	90 <sup>b</sup>	90 <sup>c</sup>

<sup>a</sup> Para  $D \leq 88,9$  mm (3,500 pol), não há necessidade de pressão de ensaio superior a 17,0 MPa (2 470 psi); para  $D > 88,9$  mm (3,500 pol), não necessário pressão de ensaio superior a 19,0 MPa (2 760 psi).

<sup>b</sup> Não necessário pressão de ensaio superior a 20,5 MPa (2 970 psi).

<sup>c</sup> Para  $D \leq 406,4$  mm (no 16.000), não necessário pressão de ensaio superior a 50,0 MPa (260 psi 7); para  $D > 406,4$  mm (no 16.000), não é necessário que a pressão de ensaio seja superior a 25,0 MPa (3 630 psi).

Caso o teste de pressão envolva tubos com extremidade selada a qual produz uma tensão longitudinal compressiva, a pressão de ensaio hidrostático,  $P$ , expressa em megapascal, pode ser determinada usando a equação (2.4), arredondado o resultado para 0,1 MPa (10 psi), desde que a pressão de ensaio necessária produza uma tensão circunferencial que exceda 90% do limite de escoamento mínimo especificado:

$$P = \frac{S - \left( \frac{P_R \cdot A_R}{A_P} \right)}{\frac{D}{2t} \frac{A_I}{A_P}}, \quad (2.4)$$

onde

$P$  é a pressão hidrostática,

$S$  é a pressão circunferencial, expressa em megapascal (libras por polegada quadrada), o equivalente a uma porcentagem do limite de escoamento mínimo especificado para o tubo, como indicado na Tabela 2.1 anteriormente.

$P_R$  é a pressão interna na extremidade selada RAM, expressa em megapascal (libras por polegada quadrada);

$A_R$  é a área da seção transversal da RAM-selagem final, expressa em milímetros quadrados (polegadas quadradas);

$A_P$  é a área em corte transversal da parede do tubo, expresso em milímetros quadrados (polegadas quadradas);

$A_I$  é a área da seção transversal interna do tubo, expresso em milímetros quadrados (polegadas quadradas);

$D$  é o diâmetro externo especificado, expresso em milímetros (polegadas).

$t$  é a espessura de parede especificada, expressa em milímetros (polegadas);

Se houver acordo, a espessura mínima da parede do tubo admissível  $t$  pode ser usada em lugar da espessura da parede especificada, para a determinação da pressão de teste necessária conforme Tabela 2.1 ou conforme o caso, desde que a tensão circunferencial seja pelo menos, 95% do limite de escoamento mínimo especificado para o tubo a ser utilizado.

#### 2.1.4 Aços ARBL

Aços de alta resistência e baixa liga (ARBL ou HSLA do inglês), também chamados de aços microligados, são projetados para fornecer melhores propriedades mecânicas e / ou maior resistência à corrosão que os aços carbono convencionais. Eles não são considerados aço liga, no sentido normal, pois o principal objetivo do projeto não é atender a composição química e sim propriedades mecânicas específicas. Esses aços ARBL são classificados como categoria de aço separada das demais categorias, a qual seria semelhante ao aço baixo carbono com propriedades mecânicas melhoradas, obtidos por adição de pequenas quantidades de ligas e, talvez, as técnicas de processamento especiais, tais como os métodos por laminação controlada e resfriamento acelerado. Este reconhecimento dos aços ARBL como categoria de produto distinta dos demais aços se reflete pelo fato de que os ARBL, geralmente, custam a partir do preço base para os aços carbono, não a partir do preço base para ligas de aço. Além disso, os aços ARBL muitas vezes são vendidos com base nas propriedades mecânicas mínimas, sendo que, os teores dos elementos de liga específica são deixados a critério do produtor do aço (HANDBOOK, 2001).

A partir da inserção de pequenos teores de alguns elementos de liga é que os aços ARBL são obtidos, através dessa adição se obtém limite de escoamento acima de 40ksi (276 MPa) na condição laminado. A composição química de um aço ARBL pode variar para atender requisitos de propriedades mecânicas específicas solicitadas, podendo ser fabricados com diferentes espessuras. Os aços ARBL possuem baixo teor de carbono (0,050 a ~ 0,25% de C), a fim de produzir melhor conformabilidade, bem como, garantir soldabilidade adequada, os ARBL podem possuir teores de manganês até 2,0%. Pequenas quantidades de cromo, níquel, molibdênio, cobre, nitrogênio, vanádio, nióbio, titânio, zircônio podem ser utilizadas com várias combinações. Os aços ARBL são comumente fabricados por laminação podendo também ser fabricados por laminação controlada, normalizados, ou endurecidos por precipitação, para atender a requisitos de propriedades específicas. As principais aplicações para os aços ARBL incluem utilização na fabricação de tubos que transportam óleo e gás, navios, automóveis, vasos de pressão etc. Uma vantagem no uso de aços ARBL está relacionada a maior resistência mecânica, a espessura de parede dos tubos (para a mesma pressão interna) pode ser diminuída, reduzindo assim o peso e os custos envolvidos no transporte e montagem (BAI e Y.BAI, 2005). Outra possibilidade é manter a espessura de parede do tubo inalterada e elevar a pressão interna (até o limite máximo de 72% do limite de escoamento do tubo), aumentando o volume de produto transportado (SICILIANO, 2008). Para

o mesmo projeto de duto também pode-se melhorar a resistência a condições ambientais, tais como abalos sísmicos e ambientes corrosivos (SAKIMOTO, ENDO, *et al.*, 2011).

RATNAPULI, (2007) faz menção em que relaciona a pressão, diâmetro interno e vazão, quanto maior a pressão e o diâmetro internos, maior será a vazão e, resultando assim num maior volume transportado pelo tubo. Menciona que existe uma tendência mundial para utilização de tubos com diâmetro internos cada vez maiores com menores espessuras em suas paredes e pressões cada vez mais elevadas. ROZA, (2006) afirma que, mantendo-se o diâmetro e pressão constantes, é possível uma redução de 12,5% na espessura de parede com a utilização de um tubo X80 ao invés de um tubo X70.

## 2.2 NITRETAÇÃO

Nitretação é um tipo de tratamento termoquímico utilizado para modificação superficial. Na indústria são utilizados vários tipos de tratamentos termoquímicos que se diferenciam pelos elementos que se difundem, pelo tipo de composição, processos químicos, pelas técnicas de execução e outras características (NOVIKOV, 1994). Dependendo do estado de agregação do meio externo no qual introduz-se a peça a ser tratada, diferenciam-se os tratamentos termoquímicos em meio sólido, líquido, gasoso e plasma (ALVES JR., 2001). Alguns processos existentes para nitretação em aços com temperaturas inferiores a 600° C são nitretação gasosa, nitretação líquida e nitretação iônica. Todos estes processos possuem em comum a criação de nitrogênio atômico necessário para a formação da camada nitretada, mudando apenas o meio saturante. De um modo geral, o processo de nitretação consiste de três etapas. A primeira etapa é a formação do nitrogênio atômico como resultado das diversas reações químicas, a segunda etapa é a adsorção dos átomos de nitrogênio na superfície da peça e a terceira é a difusão dos átomos adsorvidos desde a superfície para o interior da peça (ALVES JR., 2001). A Figura 2.4 apresenta os processos de nitretação comuns em aços.



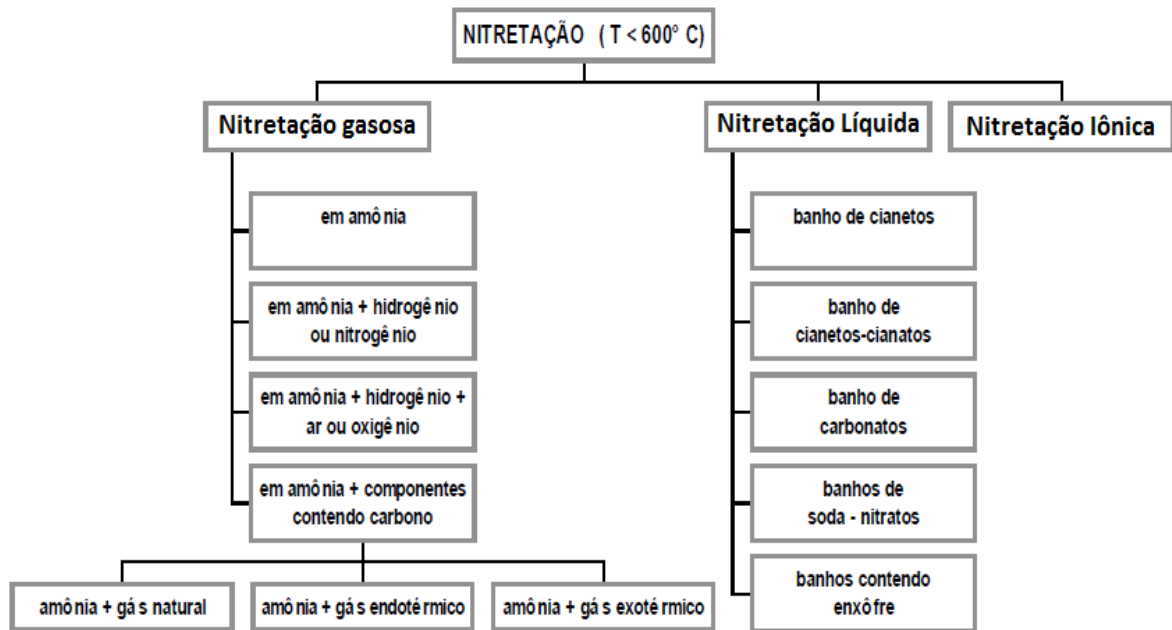


Figura 2.4: Processos comuns de nitretação em aços. (ALVES JR., 2001).

### 2.2.1 Nitretação gasosa

Na nitretação em meio gasoso, o elemento difusor forma-se como resultado das reações de dissociações usando em geral a amônia. Um exemplo típico da reação global desse processo é dada pela equação (2.5).



O processo é controlado medindo o fluxo de amônia e determinando a porcentagem de dissociação. A porcentagem de dissociação aumenta através do aumento da temperatura ou diminuindo o fluxo de amônia. Tipicamente o processo é conduzido numa condição tal que a dissociação de amônia esteja entre 15 e 30% . Este processo produz uma camada frágil, rica em nitrogênio, conhecida como camada branca, seguida de uma zona de difusão. Uma alternativa deste processo é o processo Floe, o qual consiste de uma nitretação em dois estágios realizada com a finalidade de minimizar a camada branca. Inicialmente a peça é nitretada a 525°C, com 20% de dissociação de amônia, durante 5 - 8 h, seguido de uma outra etapa em 550°C com uma dissociação de amônia entre 80 e 85%. Este segundo estágio serve como um ciclo de difusão com a superfície tendo uma alta concentração de nitrogênio.

### 2.2.2 Nitretação líquida

Esta técnica emprega a mesma faixa de temperatura que a nitretação gasosa, isto é, entre 500 e 570°C. Na nitretação líquida o meio nitretante é constituído de sais de cianetos fundidos variando, basicamente, as proporções das misturas de sais de sódio, de potássio, sendo realizada abaixo da temperatura de transformação do aço a ser tratado, nessas condições de temperatura tem-se menor dissociação do carbono. Além disso, a nitretação líquida adiciona mais nitrogênio e menos carbono ao aço. Em geral, o uso da nitretação líquida e nitretação gasosa são semelhantes, entretanto, em aplicações onde se requer profundidades de camadas mais duras, a nitretação gasosa é preferida. Em casos onde se deseja nitretar aços carbono com uma maior camada de compostos, utiliza-se a nitretação líquida (METALS, 1986). A nitretação líquida é um processo semelhante ao utilizado na cementação líquida. A distinção precisa entre os vários métodos que utilizam sais fundidos é muito difícil devido ao grande número de patentes. No entanto, todos os processos são oriundos, basicamente, de duas patentes inglesas, comercialmente conhecidas por “*Tufftride*” e por “*Sulfinuz*”. Em ambos, as amostras são pré-aquecidas entre 350 e 400°C, e depois carbonitretadas a 570°C. Os processos se desenvolvem através de uma reação de oxidação e de uma reação catalítica. No método “*Tufftride*”, tem-se a oxidação do cianeto de sódio, transformando-se em cianato, conforme a reação (2.6) (ALVES JR., 2001) :



A reação catalítica ocorre quando o cianato entra em contato com a superfície do aço, produzindo o seguinte resultado (2.7) :



No método “*Sulfinuz*”, as reações são dadas por (2.8) e (2.9) :



Outros processos foram desenvolvidos usando aditivos para acelerar a atividade química do banho e melhorar as propriedades obtidas como por exemplo nitretação em banho pressurizado, nitretação em banho aerado, sulfocianetação.

### 2.2.3 Nitretação iônica ou à plasma

Nitretação a plasma é um processo de endurecimento superficial que faz uso de um gás em plasma, ou seja, um gás ionizado para uma modificação controlada da superfície de uma peça. A nitretação a plasma foi desenvolvida a partir dos anos 30 por J.J. Egan nos EUA e em 1932 por Berghaus na Alemanha (ALVES JR., 2001). Na literatura internacional, esse processo tem recebido denominações como nitretação iônica (ion nitriding, nitriding ionic, ionitriding), nitretação em descarga luminescente (glow discharge nitriding) ou nitretação por plasma (plasma nitriding, nitriding in plasma).

Esse é um processo semelhante aos processos convencionais de nitretação a gás e nitretação líquida, porém na nitretação iônica o meio utilizado para transportar o nitrogênio atômico é o plasma. Os fatores que regem o processo de nitretação a plasma são a pressão, temperatura, o tempo de tratamento e a mistura de gases de processo. A pressão de tratamento varia de 0,3 a 5 mbar, dependendo da geometria das peças e das espessuras de camadas desejadas de nitretação. As faixas de temperaturas de tratamento variam na faixa de 350° C a 570°C, dependendo do material utilizado na fabricação da peça a ser nitretada, do tratamento a que esse material tenha sido submetido previamente e da espessura desejada para as camadas de nitretação. Esse é um processo à vácuo que acontece por difusão do nitrogênio e geralmente, dura em torno de 10 minutos a 90 horas, dependendo do tipo de material e da espessura almejada para a camada de nitretação. O gás utilizado no processo pode ser uma mistura de nitrogênio e hidrogênio ou uma mistura de nitrogênio, hidrogênio e dióxido de carbono, argônio.

O plasma é o nome dado a um gás que contém espécies neutras e eletricamente carregadas como elétrons, íons positivos, íons negativos, átomos e moléculas. Na média, um plasma é eletricamente neutro, sendo que qualquer desbalanceamento de carga resultará em campos elétricos que tendem a mover as cargas de modo a restabelecer o equilíbrio. As peças que vão receber o tratamento são montadas em um reator (recipiente) e ligadas ao cátodo, enquanto que a parede do reator (forno) está ligada anodicamente. A câmara de reação é evacuada e posteriormente é inserida a mistura de gases, o plasma é obtido num regime de descarga anormal “*glow discharge*” mediante aplicação de uma tensão elétrica da ordem de 300 a 1000V entre a peça (cátodo) e a parede interna da câmara (ânodo). Uma vez aplicada essa tensão o gás é ionizado e a poucos milímetros da superfície da peça, na chamada bainha catódica, íons acelerados colidem com a superfície da peça ou colidindo com outras partículas produzindo assim mais íons e elétrons através da combinação (2.10).



onde  $G^0$  é o átomo ou molécula do gás no estado fundamental e  $G^+$  representa um íon deste gás. Assim a energia cinética é transformada em energia térmica a qual é transferida para a peça a ser tratada, nessas condições é gerado o calor necessário para a nitretação a plasma das peças. Segundo modelo de Kölbel (LAMPE, EISENBERG, *et al.*, 1993), um dos mais aceitos pela comunidade científica, os átomos de ferro da peça (cátodo) sofrem um bombardeamento de íons de nitrogênio e partículas neutras altamente energéticas, possibilitando a ocorrência reações sem apontar o efeito dominante, os íons acelerados em direção a superfície da peça, além de aquecer a superfície arrancam (sputtering) átomos de ferro (Fe) estes átomos arrancados reagem com as espécies reativas do plasma próximo a superfície da peça, formando compostos instáveis nitretos de ferro (FeN), que ao serem adsorvidos na superfície das peças decompõem-se em nitretos mais estáveis com teores mais baixos de nitrogênio ( $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>N,  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N,  $\gamma$ -Fe<sub>4</sub>N), liberando átomos de nitrogênio, que por sua vez pelo processo de difusão a partir da superfície penetram no interior da peça. Na ionização das moléculas são emitidos fótons que geram o efeito luminoso que caracteriza uma região de descarga brilhante, visível ao redor da peça durante a nitretação, denominada bainha de plasma. A partir da Figura 2.5 à Figura 2.13 é apresentada uma sequência de imagens referentes ao processo de nitretação iônica. Essa sequência segue desde a preparação das peças até a conclusão do processo de nitretação utilizado pela empresa Búlgara Ionitech Ltda (IONITECH, 2015). O reator é constituído por uma placa de base e uma tampa em forma de campânula, que pode ser removida e colocada em qualquer lugar dentro do alcance de um guindaste, permitindo fácil acesso para o carregamento de todos os lados.

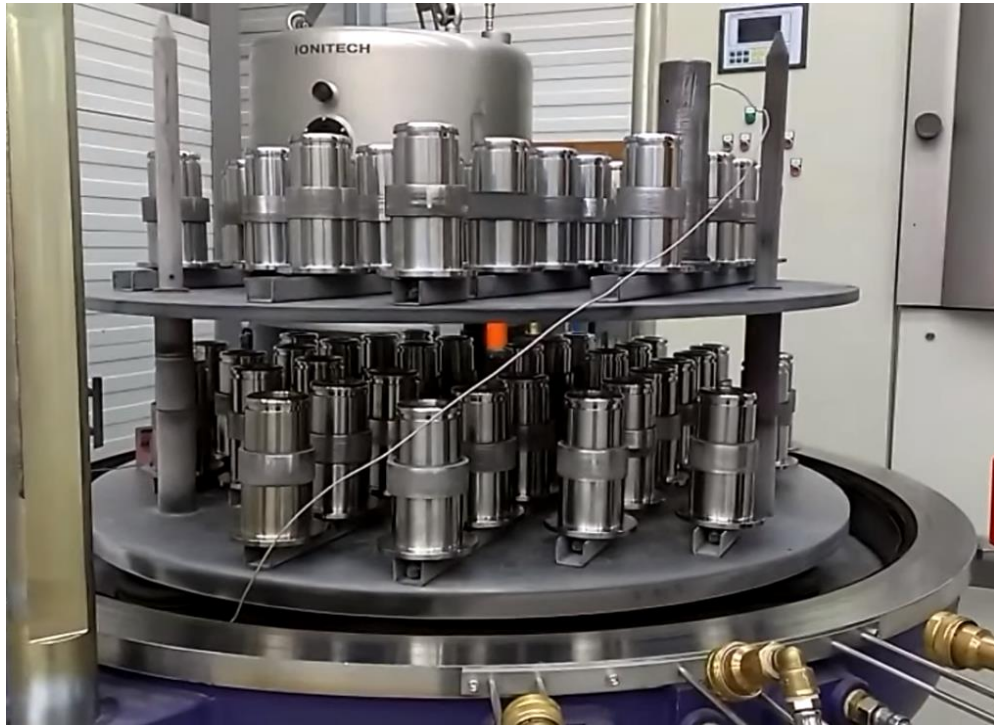


Figura 2.5. Início da preparação das peças para nitretação à plasma (IONITECH, 2015).



Figura 2.6. Peças preparadas catódicamente (IONITECH, 2015).



Figura 2.7. Fechamento da câmara do reator (IONITECH, 2015).



Figura 2.8. Reator fechado com tampa preparada anodicamente (IONITECH, 2015).



Figura 2.9. Início de ionização e limpeza das peças gerando o efeito luminoso (IONITECH, 2015).



Figura 2.10. Segunda fase, aquecimento das peças, íons bombardeiam a superfície das peças criando região de descarga brilhante, em seguida, numa terceira fase íons de nitrogênio se difundem a superfície das peças (IONITECH, 2015).



Figura 2.11. Após difusão é formada a camada nitretada finalizando o processo de nitreção à plasma (IONITECH, 2015).



Figura 2.12. Peças nitretadas com proteção de rosca (IONITECH, 2015).





Figura 2.13. Peça nitretada sem proteção da rosca (IONITECH, 2015).

Após a nitretação à plasma a superfície do aço sofre alterações em seu visual ficando com uma cor acinzentada característica da camada de nitretos que é formada e devido à planarização da superfície produzida pelo bombardeamento iônico do plasma (sputtering). Entretanto é possível melhorar estas características eletroquímicas e visuais com uma posterior oxidação das peças, esfriando-as ao ar, ou pós oxidando-as por plasma. Tonalidades, que variam do azul ao preto, podem ser atingidas, conferindo novo visual às peças assim trabalhadas, sem significativa alteração das propriedades mecânicas adquiridas durante a nitretação (BORGIOLO, E., *et al.*, 2002).

### **2.2.3.1 Vantagens da Nitretação à Plasma**

A nitretação à plasma oferece vantagens se comparada a nitretação por banho de sal ou nitretação gasosa. Algumas vantagens são apresentadas na Tabela 2.2.

Tabela 2.2. Algumas vantagens da nitretação à plasma comparadas a nitretação gasosa e a nitretação líquida em banhos de sal (NITRION, 2015).

<b>Nitretação a plasma</b>	<b>Nitretação gasosa/banho de sal</b>
Menor distorção dimensional devido a menor temperatura e processo realizado à vácuo, propiciando melhor acabamento. Capacidade de soldagem	Maior distorção na nitretação gasosa. Dificulta a soldagem.
Camadas atingidas com maior rapidez, ou seja menor tempo de tratamento	Atinge as mesmas camadas em tempo até 3 vezes maior
Possibilita controle das camadas brancas quanto à espessura; A nitretação à plasma produz uma camada branca densa, não porosa, muito dura, mas não quebradiça e com um baixo coeficiente de atrito, ao que se soma uma excelente resistência ao desgaste.	Possibilita camadas brancas finas, porém com restrições dependendo do material; Na nitretação gasosa é formada uma camada branca composta de características quebradiças, porosa
Possibilita encobrimento de áreas que não necessitam de nitretação com uso de uma técnica de máscara simples e de baixo custo para proteção de regiões que não devem ser tratadas.	Possibilita encobrimento de áreas que não necessitam de nitretação, porém com aumento dos custos.
Possibilita nitretação em peças com furos, com mínimas restrições.	Possibilita a nitretação em peças com furos
Possibilita especificação exata da camada nitretada.	Não possibilita especificação exata da camada nitretada.
Possibilidade de maior proteção contra posterior oxidação	Existe a possibilidade, mas com aumento dos custos
Não produz contaminação ambiental, O processo de nitretação à plasma usa baixa quantidade de gases neutros	Os processos convencionais usam sais tóxicos ou grandes quantidades de gases tóxicos.

As vantagens apresentadas na Tabela 2.2 acontecem, principalmente, devido a otimização das propriedades mecânicas do material por meio da formação de nitretos na superfície e a difusão de nitrogênio na forma atômica ou combinada para o interior do material, que dependendo dos parâmetros de processo pode produzir duas camadas ou zonas superficiais distintas. Na Figura 2.14 é possível observar tais camadas de maneira distintas, tal imagem foi retirada da superfície de uma amostra do aço API 5L Grau B com camada nitretada durante 8 horas, essa imagem foi retirada em MEV pertencente ao Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Brasília-UnB.

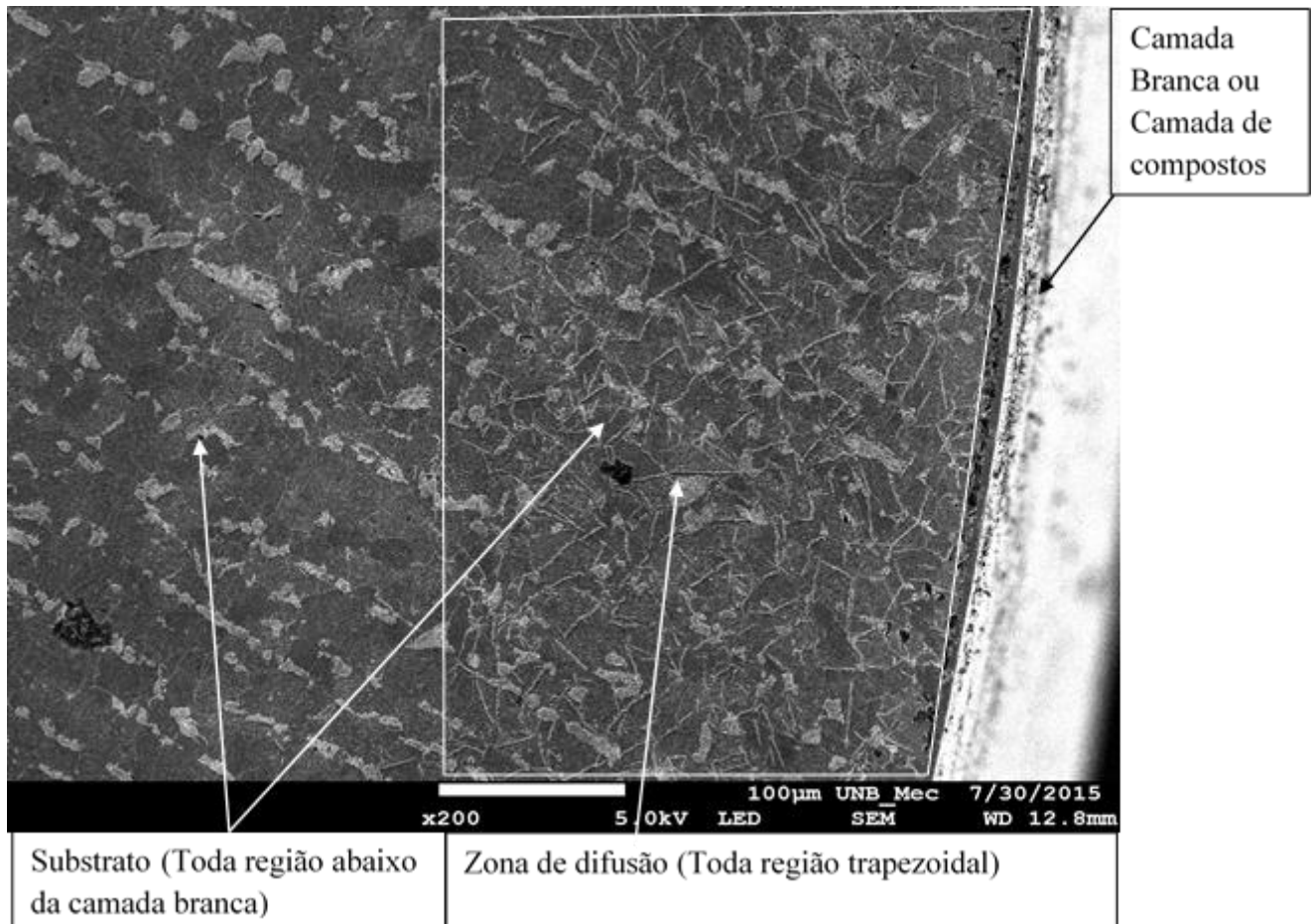


Figura 2.14. Superfície nitretada durante 8 horas do aço API 5L Grau B.

A camada de compostos ou camada branca, assim chamada devido à cor apresentada durante observações em microscópio é formada por uma das duas fases de nitretos de ferro  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N e/ou  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>-3N, e outros nitretos de elementos de liga quando presente no material, essa camada pode existir ou não dependendo da necessidade exigida para o material. (BORGIOLO, E., *et al.*, 2002). A zona de difusão é composta pelos nitretos formados na difusão do nitrogênio com o metal e também faz parte da região do substrato, possui dureza elevada a qual vai reduzindo à medida que se afasta da superfície em direção ao interior do metal, devido à concentração de nitrogênio que vai sendo reduzida em direção ao interior da peça. O tipo de camada nitretada pode ser controlado através de alguns parâmetros de tratamento, tais como: diferença de potencial elétrico, atmosfera nitretante, pressão, tempo e temperatura. Dependendo da configuração desses parâmetros é que a camada nitretada formada pode ser constituída por uma fase ou ser composta. Para que se obtenha resultados satisfatórios é necessário que se escolha os parâmetros do processo de nitretação (tempo, temperatura, pressão, gases, etc.), de maneira adequada para o material a ser nitretado a fim de assegurar uma composição para a camada de nitretos de acordo com o desejável.

### **2.2.3.2 Composição da camada nitretada em função dos parâmetros de processos**

Segundo a hipótese de Kölbel descrita no trabalho de EDENHOFER, (1974), os nitretos FeN formados pela combinação de átomos de ferro pulverizados com nitrogênio ativo no plasma, se condensam na superfície catódica. Os nitretos FeN são metaestáveis para temperaturas de 350 a 600 °C e dissociam-se formando fases mais estáveis (Fe<sub>2</sub>N, Fe<sub>3</sub>N, Fe<sub>4</sub>N) liberando nitrogênio. Parte deste nitrogênio liberado retorna para o plasma e parte se difunde para a estrutura cristalina do substrato formando a zona de difusão (ALVES JR., 2001). Este processo difusivo se deve basicamente aos gradientes produzidos pelas colisões inelásticas durante a pulverização catódica (gradiente de concentração de nitrogênio, gradiente de defeitos e gradiente de temperatura). É possível inferir, pela hipótese de Kölbel, que as características finais da camada nitretada está relacionada à taxa de pulverização da superfície. Entretanto a taxa de pulverização depende dos parâmetros de processo, como composição da mistura gasosa, do potencial de plasma e da temperatura. Modificando algumas destas variáveis, é possível obter diferentes estruturas de camadas nitretadas, tanto em relação às espessuras das camadas de compostos e difusão, quanto em relação às fases presentes na camada de compostos. Aumentando a taxa de pulverização, haverá um maior número de dissociações e de defeitos na rede contribuindo para a difusão do nitrogênio. Com isto espera-se que a profundidade da zona de difusão aumente. Por outro lado, nesta condição, a camada de compostos tende a diminuir e/ou tornar-se mais pobre para suprir de nitrogênio a zona de difusão. Além disso, o processo de pulverização remove mais facilmente o nitrogênio que o ferro da superfície da amostra. A camada de compostos pode ser completamente evitada se a taxa de sputtering for aumentada ou a concentração de nitrogênio na mistura for diminuída para valores abaixo de 10%, havendo apenas a formação da camada de difusão (ALVES JR., 2001).

#### **2.2.3.2.1 Composição da camada nitretada em função da mistura gasosa**

Geralmente a mistura gasosa usada na nitretação à Plasma é constituída de N<sub>2</sub> e H<sub>2</sub> em diferentes concentrações. A presença de H<sub>2</sub> no plasma N<sub>2</sub><sup>+</sup>H<sub>2</sub>, além de atuar na redução de impurezas na superfície da amostra, influencia na formação da camada nitretada: Grandes concentrações de H<sub>2</sub> na mistura nitretante produzem camadas de difusão com espessuras superiores às camadas produzidas apenas com N<sub>2</sub> puro. Por outro lado, o uso de N<sub>2</sub> puro, produzirá uma camada de compostos mais espessa por causa da maior pressão parcial de nitrogênio presente (ALVES JR., 2001). Assim, pela escolha adequada da mistura gasosa, é possível determinar qual a fase de nitreto que constituirá a camada nitretada. O acréscimo

de pequenas quantidades de H<sub>2</sub> à mistura gasosa gera um aumento da corrente, da temperatura, com isso aumento da taxa de pulverização, e da quantidade de espécies ativas no plasma. No modelo descrito por Jones,(1973) o mecanismo de nitretação predominante foi atribuído a transferência de massa dos íons NH<sup>+</sup> e NH<sub>2</sub><sup>+</sup>. Neste experimento, ele demonstrou que a adsorção de moléculas de nitrogênio não é responsável pela nitretação. Em outro experimento em atmosfera de N<sub>2</sub> e Ar, os íons de N<sup>+</sup>, N<sub>2</sub><sup>+</sup>, Ar<sup>+</sup> são espécies dominantes, O argônio tem uma taxa de sputtering maior do que a produzida pelo H<sub>2</sub> e N<sub>2</sub> juntos. Nestas condições o sputtering do ferro deveria ser grande e os nitretos de ferro assim formados, o que na pratica não ocorre. Em outros estudos, independentemente dessa formação, demonstram que a mistura gasosa de N<sub>2</sub> e Ar produzem camadas com menores durezas e profundidades. Quando o H<sub>2</sub> é adicionado à mistura, a concentração dos íons de nitrogênio e argônio diminui consideravelmente, enquanto que as de H<sup>+</sup> e NH<sub>2</sub><sup>+</sup>, tornam-se predominantes. Nestas condições a taxa de sputtering deve diminuir e a probabilidade de formação de nitretos deve ser menor devido à pequena concentração de nitrogênio.

#### **2.2.3.2.2 Composição da camada nitretada em função da temperatura**

A temperatura é um parâmetro muito importante para definição das camadas durante o processo de nitretação à plasma devido a dois importantes fatores: Primeiro, a natureza química, intrínseca de cada tipo de nitreto ( $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N e  $\epsilon$  Fe<sub>2-3</sub>N), que permite que certas fases permaneçam estáveis apenas em determinada faixa de temperatura, e segundo a difusividade do nitrogênio através do substrato e da própria camada de compostos, uma vez que a difusividade aumenta com a temperatura obedecendo a lei de Fick propiciando a formação de camadas mais grossas com uma conseqüente redução de concentração de nitrogênio na superfície. Considerando-se estes dois fatores, em condições controladas de atmosfera, pressão e tempo de nitretação, é possível, em um processo de nitretação a plasma, estabelecer a composição de camadas de nitretos através da manutenção da temperatura de nitretação. Fontana (FONTANA, 1991), com base em análises metalográfica e de difração de raios X, faz uma síntese bastante genérica da cinética de crescimento das camadas de nitretos em função da temperatura. Para uma amostra nitretada de aço baixo carbono em uma atmosfera de 20 vol.% H<sub>2</sub> + 80vol.% N<sub>2</sub>: A partir de 350°C já é possível ocorrer a nitretação a plasma no ferro e suas ligas. No entanto a baixa difusividade dificulta a migração do nitrogênio para o interior do substrato resultando em uma alta concentração de nitrogênio na superfície. Isto favorece a formação de uma fina camada de compostos  $\epsilon$ - Fe<sub>2-3</sub>N, muito rica

em nitrogênio, na superfície da amostra. Aumentando a temperatura, a cerca de 400°C por exemplo, aumenta também a difusão do nitrogênio, dando início a formação de uma camada  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N abaixo da camada  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N, menos rica em nitrogênio. Tanto a camada  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N quanto a camada  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N constituem, individualmente ou combinadas, a camada de compostos e são indistinguíveis no microscópio óptico. Abaixo da camada branca, por sua vez, forma-se uma camada bifásica, composta de uma mistura de finos grãos de  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N na matriz de nitroferrita, muito pobre em nitrogênio denominada camada escura. À temperatura de 530°C, a fase  $\epsilon$  fica instável na região de interface com o substrato e passa a decair para a fase  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N. A alta difusividade do nitrogênio não mais permite sua grande concentração na superfície. Assim, toda a camada branca acaba por constituindo-se em compostos de fase  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N. A 570°C a difusividade do nitrogênio é tão alta que nem mesmo a camada branca  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N pode ser mantida, favorecendo a formação da fase escura que será predominante em toda camada de compostos. No substrato, a alta difusividade do nitrogênio permite a formação de uma zona de difusão bastante profunda. A 590°C o sistema Fe-N muda sua estrutura cristalina de CCC para CFC. Com a redução do parâmetro de rede a difusibilidade do nitrogênio diminui bastante, dificultando o crescimento da camada de nitretos. Por outro lado, a esta temperatura, os compostos  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N não são estáveis o suficiente para formar uma camada branca, apesar da alta concentração de nitrogênio na superfície. Assim sendo, somente uma fina camada escura será formada sobre o substrato. Assim foi concluído que baixas temperaturas, entre 350 e 490°C, favorecem a formação da camada branca, temperaturas altas (entre 570 e 600°C) favorecem a formação da camada escura e temperaturas intermediárias permitem camadas múltiplas de nitretos.

#### **2.2.3.2.3 Formação da camada nitretada em função do tempo**

O tempo de nitretação é outro fator preponderante na evolução das camadas de nitreto. A evolução da camada de nitretos em função do tempo pode ser explicada pela sequência de cinco passos descritos a seguir.

Primeiro, como a concentração de nitrogênio na superfície do substrato ainda é baixa, haverá uma grande difusão de nitrogênio na região interfacial da amostra, principalmente através dos contornos de grãos. Segundo, à medida que o nitrogênio adsorvido na superfície da amostra se difunde para o interior desta, os espaços intersticiais do material vão sendo ocupados, dificultando a sua migração. Assim, em dado momento, a superfície recebe mais nitrogênio do que é capaz de difundir, aumentando a concentração de nitrogênio na superfície

o que propicia a nucleação das fases  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N e/ou  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N em pontos da superfície da amostra. Terceiro, estes pontos evoluem para uma fina camada branca na superfície. Abaixo desta e nos contornos dos grãos adjacentes, precipita a formação da camada intermediária bifásica constituída de uma mistura de finas partículas de nitretos  $\gamma'$  em matriz de nitroferrita, denominada camada escura, nitroferrita é a solução sólida de nitrogênio no  $\alpha$ -Fe. O teor máximo de nitrogênio no  $\alpha$ -Fe é 0,1% a 590° C (FONTANA, 1991). Quarto, à medida que a camada  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N se homogeneiza, cria-se um efeito de barreira dificultando a difusão. Este fato eleva a concentração de nitrogênio na superfície, favorecendo a formação da fase  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N. Atinge-se então o equilíbrio de entrada e saída na região de interação plasma/superfície para as condições termodinâmicas de nitretação. No entanto, a difusão continua a ocorrer a partir da face interna da camada branca para o interior da amostra. Assim, tanto a camada escura como a zona de difusão continuam a receber o nitrogênio às custas da deterioração da camada branca. Como a camada escura necessita de menos nitrogênio que a camada branca para ser formada, cresce mais rapidamente do que se reduz a camada branca. O mesmo ocorre com a zona de difusão que cresce virtuosamente com o nitrogênio proveniente da camada escura. Quinto, na sequência, com o passar do tempo, a camada de nitreto evoluirá para uma única e espessa camada escura entre uma larga zona de difusão e uma fina camada da fase  $\epsilon$  que continua a se formar na superfície em consequência da atividade do plasma.

### 2.3 CONCEITO DE FADIGA

Dentre várias causas de falha de componentes mecânicos, a mais comum é devida à fadiga do material citado por ROSA, (2002). Do número total de falhas, as provocadas por fadiga perfazem de 50% a 90%, sendo na maioria das vezes falhas que ocorrem de forma inesperada, repentinamente, portanto bastante perigosas. A fadiga é uma redução gradual da capacidade de carga do componente, pela ruptura lenta do material, consequência do avanço quase infinitesimal das fissuras que se formam no seu interior. Este crescimento ocorre para cada flutuação do estado de tensões. As cargas variáveis, sejam cíclicas ou não, fazem com que, ao menos em alguns pontos, tenhamos deformações plásticas também variáveis com o tempo. Estas deformações levam o material a uma deterioração progressiva, dando origem à trinca, a qual cresce até atingir um tamanho crítico, suficiente para a ruptura final, em geral brusca, apresentando características macroscópicas de uma fratura frágil (ROSA, 2002). Segundo definição da ASTM (American Society for Testing and Materials)

em sua norma ASTM STP E1823,( 1996), fadiga é um processo de alteração estrutural permanente, progressivo e localizado, que ocorre num material sujeito a condições que produzem, num ponto ou em vários pontos, tensões ou deformações dinâmicas, capazes culminar em trincas ou numa fratura completa após um número suficiente de variações de carga. As primeiras metodologias formais de estudo do comportamento de materiais metálicos submetidos a esforços cíclicos devem-se a August Wöhler, que na década de 1850 realizou ensaios correlacionando dados de tensão versus número de ciclos até a falha de corpos de prova padronizados, cuja representação gráfica ficou conhecida como Curva de Wöhler. Desde então, este procedimento é largamente utilizado para a determinação dos limites de fadiga de materiais de componentes.

A obtenção de conhecimentos no campo da resistência à fadiga tem permitido a exploração de diversos materiais e processos, bem como o desenvolvimento de métodos de concepção e de cálculos de novos componentes e estruturas, baseado na máxima resistência à fadiga, conferindo economia e segurança aos projetos.

### **2.3.1 Estágios do processo de fadiga**

Várias estruturas de engenharia estão sujeitas a cargas que em geral variam no tempo. Uma falha por fadiga pode ocorrer dentro de ampla faixa de ciclos de carga, desde valores da ordem de 10 ciclos até mais de  $10^8$  ciclos. O número de ciclos que o componente resiste depende do nível da sollicitação, pois com uma maior carga dinâmica tem-se uma vida baixa, sensivelmente reduzida quando comparada com uma situação onde a sollicitação cíclica é menor, o que leva a uma maior vida (ROSA, 2002). A Figura 2.15 mostra um esquema da superfície de uma peça após falha por fadiga. Basicamente três estágios de desenvolvimento são observados em falhas por fadiga são eles :Estágio I é um ponto inicial ou sítio de iniciação da trinca encontrado geralmente na superfície, também conhecido por período de nucleação da falha, onde a iniciação ocorre devido à máxima tensão principal de cisalhamento a  $45^\circ$  com a tensão principal de tração aplicada.; Estágio II é conhecido como região de propagação de trinca, na direção ortogonal à tensão de tração, mostrando estrias de fadiga microscopicamente e, quando existem, marcas de praia, o estágio III também conhecido como região de fratura rápida, catastrófica, ou seja onde o comprimento de trinca excede um valor crítico máximo . Tipicamente, a falha por carregamento cíclico ocorre a níveis de tensões menores que por carregamento monotônico (ensaio de tração).



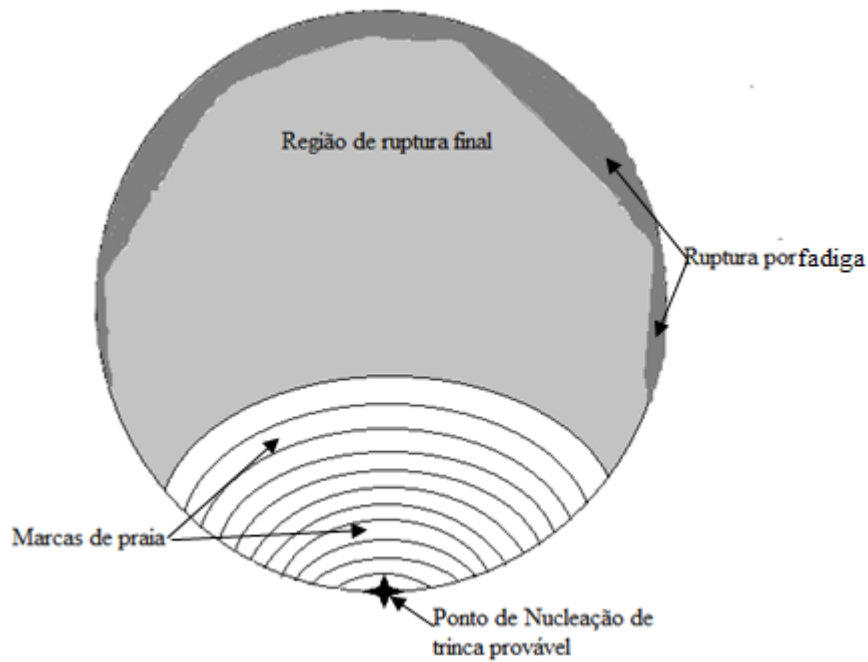


Figura 2.15: Desenho esquemático representando o aspecto macroscópico de peça após ruptura por fadiga, indicando o ponto de início da trinca e sua propagação.

### 2.3.1.1 Nucleação da trinca

A nucleação de trinca é um processo de deformação plástica localizada onde pequenas sobrecargas no ciclo de tensões podem levar a liberação de discordâncias ancoradas, facilitando a sua movimentação e com isso a nucleação de trincas de fadiga, que pode levar à falha. Ou seja, para que o processo de nucleação inicie é necessário, pelo menos para materiais dúcteis, que ocorram deformações plásticas, em pontos ou regiões, que podem estar confinadas a um pequeno volume de material (ROSA, 2002). A falha por fadiga está geralmente ligada a deformações plásticas e, estas, associadas com tensões cisalhantes. Em um material cristalino a deformação plástica ocorre pelo movimento de discordâncias, sob a ação de tensões cisalhantes. Para um material policristalino, onde os grãos possuem uma orientação aleatória dos planos atômicos, a deformação plástica inicia nos grãos mais desfavoravelmente orientados, ou seja, com os seus planos de deslizamento próximos da direção da tensão cisalhante máxima (ROSA, 2002). Com isso pode ocorrer um deslizamento em alguns grãos ficando o restante do material perfeitamente elástico. Neste caso é difícil detectar a deformação plástica, pois esta é de magnitude muito pequena, ou seja, para um material real, não é possível afirmar que, mesmo para tensões abaixo da tensão limite de proporcionalidade, ou do limite elástico, tenhamos apenas deformações elásticas (ROSA, 2002).

No caso dos materiais dúcteis, a nucleação de trincas ocorre pela formação de planos de deslizamento, provenientes da deformação plástica no grão mais desfavoravelmente orientado e em planos de altas tensões cisalhantes. Estes planos de deslizamento surgem já nos primeiros ciclos do carregamento, e com o prosseguimento da sollicitação, novos planos vão se formando, para acomodar as novas deformações plásticas, pois, devido ao encruamento do material, cada plano atua uma única vez, apenas durante meio ciclo. Deste modo o conjunto de planos de deslizamento forma uma banda de deslizamento, cuja densidade de planos vai gradativamente aumentando.

O início de uma ou mais micro trincas, causadas por deformação plástica cíclica, em geral, é seguida de propagação cristalográfica estendendo-se por grãos relativamente à origem. As trincas do estágio I não são normalmente discerníveis a olho nu. Trincas de fadiga nucleiam em singularidades ou descontinuidades na maioria dos materiais. Descontinuidades podem estar na superfície ou no interior do material. As singularidades podem ser estruturais (inclusões ou partículas de segunda fase) ou geométricas (tais como riscos). Contudo, trincas de fadiga também podem iniciar-se no interior do corpo de prova, em descontinuidades ou defeitos internos (ROSA, 2002). Singularidades superficiais podem estar presentes desde o começo ou podem se desenvolver durante a deformação cíclica, como por exemplo, a formação de intrusões e extrusões, as quais são chamadas de bandas de escorregamento persistentes em metais. Estas intrusões e extrusões são sítios ou locais preferenciais de nucleação de trincas por fadiga. O modelo representado na Figura 2.16 ilustra a sequência de movimentos de deslizamento responsáveis pela formação de uma intrusão e de uma extrusão.

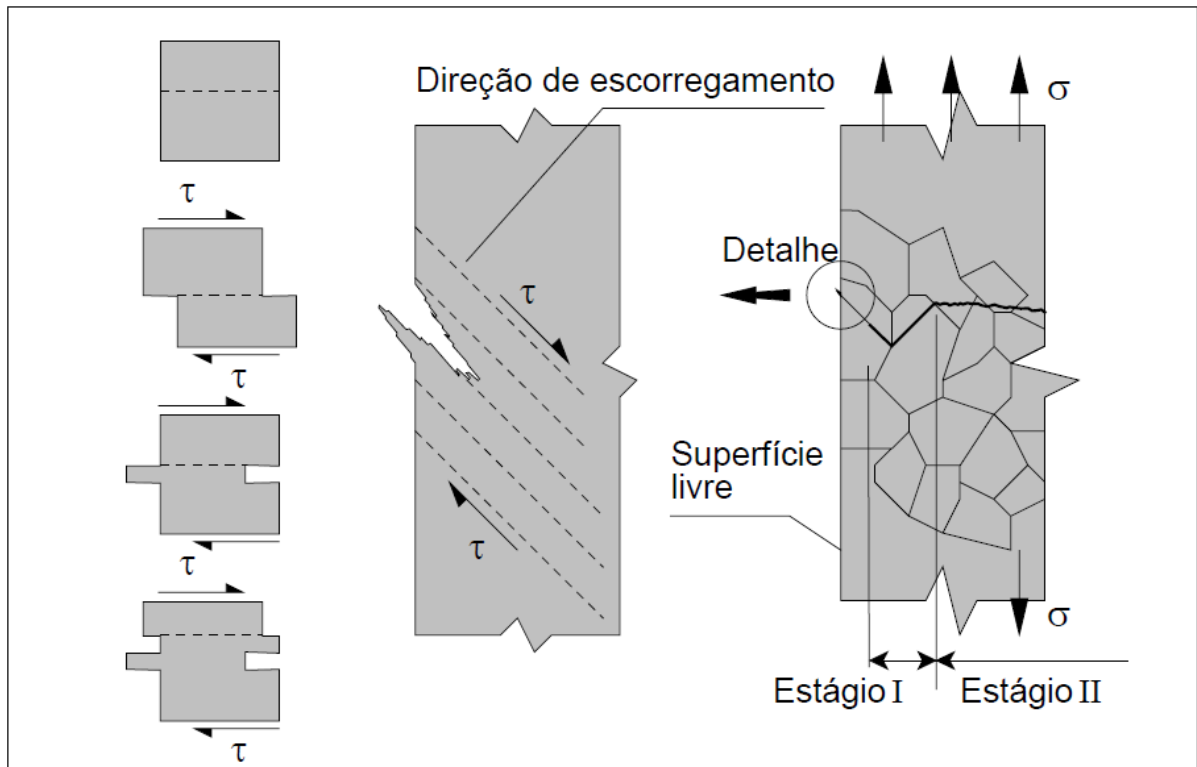


Figura 2.16. Formação das bandas de deslizamento pela sollicitação cíclica e seu aspecto. Estágios de propagação de uma trinca de fadiga (ROSA, 2002).

Estas irregularidades formam pontos reentrantes, de concentração de tensão, que levam à formação de microtrincas. Estas microtrincas formam-se em geral nas intrusões, propagando-se paralelamente aos planos atômicos de deslizamento, coincidentes com um plano de máxima tensão cisalhante. As microtrincas seguem crescendo até que atinjam um tamanho tal que passam a se propagar de forma perpendicular às tensões de tração que agem no material (ROSA, 2002). No primeiro estágio de propagação as tensões cisalhantes é que são importantes, enquanto que no estágio II as tensões de tração é que controlam o crescimento. O tamanho da microtrinca em que ocorre a transição do estágio I para o estágio II de propagação depende do nível de sollicitação e do tamanho do grão, pois em um material altamente sollicitado, a micro trinca passa para o estágio II com um tamanho menor do que no caso da sollicitação ser mais baixa. Em componentes polidos com baixa rugosidade superficial, sem entalhes, como para corpos de prova, mais de 70% da vida é usada para a nucleação e para a propagação no estágio I, ficando o restante da vida para a propagação no estágio II (ROSA, 2002). A propagação da trinca no estágio I corresponde ao modo microscópico de propagação, tendo a trinca um comprimento da ordem do tamanho de grão, sendo muito sensível a diferenças locais de microestrutura, presença de partículas de segunda fase, mudanças de direção dos planos cristalográficos, contornos de grão, etc. Já a propagação no

estágio II corresponde ao modo macroscópico de propagação, em que o material pode ser considerado homogêneo, sendo relevantes as propriedades médias do material, e as diferenças a nível metalúrgico são de menor importância.

A propagação no estágio II fica caracterizada pela formação de estrias microscópicas, que marcam o crescimento da trinca a cada ciclo de carregamento. Para a propagação no estágio II é necessário que existam tensões de tração no extremo da trinca, de forma a possibilitar a ruptura do material. Muitas vezes a propagação no estágio II produz uma superfície que fica marcada macroscopicamente pelas sucessivas posições da frente da trinca, dando origem às chamadas linhas de praia ou linhas de repouso. Estas são formadas por paradas no crescimento da trinca, seja por uma redução da carga ou por uma parada do equipamento, ou então por uma sobrecarga que imobiliza a trinca por algum tempo. Muitas vezes as linhas de repouso ficam mais evidenciadas pela ação da corrosão sobre as superfícies já rompidas. Quando a carga que provoca a falha por fadiga é de amplitude constante, as linhas de repouso praticamente não aparecem, como é o caso da falha em corpos de prova de fadiga.

Em estudo sobre comportamento mecânico dos materiais, em capítulo que comenta sobre a formação e propagação das trincas de fadiga MARC ANDRÉ MEYERS, (2009) indica que as trincas se formam já nos primeiros ciclos de carregamento, com a formação das bandas de deslizamento, e depois propagando-se no estágio I para dentro do grão. Esta propagação se dá com velocidade decrescente, conforme a frente da trinca penetra dentro do material, devido aos obstáculos que encontra ao seu avanço, como inclusões e outros defeitos ou impurezas. Grande parte da vida de fadiga é dispendida nesta etapa do crescimento da trinca, dentro de um único grão. Dependendo do nível de solicitação de fadiga a trinca pode entrar numa condição de não propagação, no caso de encontrar algum obstáculo mais resistente, como um contorno de grão (ROSA, 2002). Neste caso a trinca não vai mais crescer e logo a peça não romperá, resultando assim uma vida infinita. No entanto essa condição pode não ocorrer, levando a uma propagação da trinca no modo macroscópico, com uma velocidade de propagação crescente, comprometendo assim de forma irreversível a peça, levando dentro de um pequeno espaço de tempo a uma ruptura final (ROSA, 2002). A propagação da trinca no modo microscópico, na escala metalúrgica, é extremamente sensível a diferenças locais de microestrutura, sendo afetada por diversos fatores, como a topografia da superfície, a existência de tensões residuais, a agressividade do meio ambiente e diversos outros fatores. No caso de materiais frágeis ou duros, como as ligas de alta resistência de alumínio e os aços tratados para uma alta dureza, a nucleação das trincas inicia na interface

entre a matriz e as inclusões existentes, já que a matriz não chega a ser deformada plasticamente. Desta forma não surgem as bandas de deslizamento na superfície livre, com a nucleação iniciando mais no interior do material.

No regime de baixo número de ciclos para a falha, a nucleação e a propagação da trinca de fadiga ocorrem acompanhadas por um escoamento na superfície da peça, resultando em geral numa superfície corrugada, pelo elevado grau de deformação plástica. Dependendo do material e do modo como ocorrem os planos de deslizamento, as microtrincas podem ser nucleadas a partir das bandas de deslizamento, ou mesmo a partir dos contornos de grão, quando o carregamento superficial for excessivo (ROSA, 2002). No regime de alto número de ciclos para a falha, a deformação elástica é predominante, sendo a nucleação de trincas um fenômeno muito raro, ocorrendo em zonas bastante localizadas. A maior parte da superfície permanece sem alteração, ocorrendo a formação de poucas microtrincas, e a propagação de uma delas é suficiente para provocar a ruptura. Neste regime de fadiga de alto ciclo a deformação plástica cíclica não é uma variável muito útil para correlacionar com a falha. Além de ser bastante pequena, inferior à deformação elástica, difícil de ser medida com precisão, varia de modo bastante aleatório no interior do corpo pelas diferenças locais da microestrutura (ROSA, 2002). Assim, este regime de alto ciclo é melhor representado pelas deformações elásticas cíclicas, ou, o que é equivalente, pelas tensões cíclicas. Enquanto a trinca é pequena, as diferenças de orientação de grãos, microestrutura, etc., são importantes, retardando ou acelerando a propagação da trinca. Após esta ter um certo tamanho, as alterações microestruturais no extremo da fissura são irrelevantes, podendo o material ser tratado como um contínuo, usando propriedades médias (ROSA, 2002).

### **2.3.2 Métodos de previsão da vida em fadiga**

Na prática, ensaios de resistência não podem ser aplicados em todos os projetos. Na maioria das aplicações, o projeto de vida livre de fadiga exige que se leve em consideração as cargas previstas em serviço e os materiais empregados nos componentes. Normalmente utilizam-se critérios de projeto para evitar que a falha ocorra ou aqueles que permitem a operação em presença de falha dentro de limites de segurança (o componente é substituído bem antes da falha catastrófica). Assim surgem três métodos clássicos de previsão da vida do componente sob esforços cíclicos, que são baseados nos dois principais critérios para projeto em fadiga: Primeiro, projetos para vida segura (método S-N ou de Wohler e  $\epsilon$ -N ou Coffin-Manson). Neste trabalho foi adotado o método da vida S-N, por tratar-se de

um problema de fadiga de alto ciclo uma vez que o fenômeno ocorre com demanda de milhões de ciclos até a ocorrência da falha. e segundo projetos para falha segura (Método da Mecânica de Fratura Linear Elástica, MFLE), que serão descritos a seguir:

### **2.3.2.1 Método Tensão x Vida (S-N) ou de Wöhler**

A abordagem mais tradicional para o projeto de resistência à fadiga surgiu durante as décadas de 1850 e 1860, quando o engenheiro August Wöhler estabeleceu um gráfico para avaliar resultados de testes de fadiga em eixos de trens sujeitos a flexão rotativa (FADEL, 2010). Os principais resultados de seu trabalho foram: Primeiro, a determinação da curva de tensão aplicada em função do número de ciclos necessários para que ocorra a ruptura do material, intitulada na literatura técnica como Curva de Wohler ou Curva S-N, onde S é a amplitude de tensão alternada e N o número de ciclos; segundo, a identificação de uma tensão limite de resistência à fadiga para aços. Ainda hoje esta curva é a forma mais utilizada para apresentar os resultados dos ensaios de fadiga.

Os primeiros projetos mecânicos, levando em conta a fadiga, eram baseados em uma condição de segurança quanto à falha quase ilimitada, com os componentes dimensionados para uma vida infinita. Esse critério exige que as tensões atuantes estejam suficientemente abaixo da tensão limite de fadiga pertinente. Ainda hoje, muitas peças que operam com um carregamento cíclico aproximadamente constante durante vários milhões de ciclos, devem ser dimensionadas para vida infinita. Este é o enfoque mais clássico da análise de fadiga, usando os conceitos da curva de Wohler e da tensão limite de fadiga. Esta abordagem utiliza as tensões nominais na região do componente em análise. A tensão nominal que resiste aos carregamentos cíclicos é determinada considerando-se as tensões médias e fazendo-se ajustes para os efeitos concentradores de tensão como furos, ranhuras, chanfros e rasgos de chaveta. Esta é a chamada abordagem baseada em tensões que atuam no regime elástico do material. Excitações são caracterizadas por baixas cargas e altos números de ciclos, a definição de alto número de ciclos depende do material, em geral refere-se à ordem de milhões de ciclos. Em metais é da ordem de  $10^5$  (DOWLING, 2007), sendo o fenômeno usualmente chamado de Fadiga de Alto Ciclo ou Fadiga Controlada por Tensão. Mostra-se inadequado para fadiga de baixo ciclo devido à baixa precisão dos resultados onde os componentes apresentam áreas de plasticidade.

### 2.3.2.2 Método da Mecânica de Fratura Linear Elástica (MFLE)

Essa abordagem é a baseada na teoria de mecânica da fratura linear elástica, que trata especificamente do crescimento de trincas. Esse método assume que uma trinca já está presente e foi detectada, bem como, prevê seu crescimento em relação à intensidade da tensão. Essa metodologia pode ser prática quando aplicada a grandes estruturas juntamente com códigos de computador e inspeções periódicas. Esse método será mais detalhado no item 2.4 que trata sobre mecânica da fratura.

### 2.3.2.3 Determinação da curva S-N

Cada ponto da curva S-N é obtido quando corpos de prova do material são submetidos à ensaios mecânicos a determinada amplitude de tensão alternada (S) a qual se mantém constante durante todo o ensaio, até que a falha ocorra após determinado número de ciclos (N). Em geral, caso a ruptura não ocorra até uma faixa de dez milhões de ciclos o ensaio é considerado muito longo e economicamente indesejável, o ensaio deve ser interrompido e considera-se que o material apresentou vida infinita (ASTM E-739, 91R2004). A curva S-N básica é obtida quando a tensão média é zero; isto é, a tensão mínima é compressiva com  $|\sigma_{\min}| = |\sigma_{\max}|$ , a razão de carregamento  $R = -1$ . Como procedimento inicial, o corpo de prova é submetido a um ciclo de tensões com uma tensão máxima geralmente elevada, quase sempre a uma tensão de 2/3 do limite de resistência à tração do material ensaiado (ASTM E-739, 91R2004). Repete-se esse procedimento com outros corpos de prova, diminuindo-se gradativamente a tensão aplicada até que se atinja uma tensão máxima onde não haja a ruptura do corpo de prova (GARCIA, 2000). Após obter a tensão máxima sem ruptura, aumenta-se a tensão gradativamente nos corpos de prova seguintes, até se conseguir a menor tensão correspondente a esse patamar apresentado na Figura 2.17. Essa tensão de inflexão da curva será a tensão limite de resistência à fadiga do material ( $\sigma_f$ ). O número de ciclos é colocado no eixo das abscissas, geralmente em escala logarítmica e no eixo das ordenadas registram-se os níveis de tensão experimentados pelas amostras. Em alguns casos o uso da escala logarítmica facilita a comparação dos dados, pois é possível fornecer curvas de diversos materiais da mesma forma, além de possibilitar redução na escala de N (FADEL, 2010). O número de ciclos até a falha por fadiga do material em dado nível de tensão  $\sigma_a$  é dado por  $N_f$ . É possível estabelecer a correlação entre os níveis de tensão experimentados por dado material e a número de ciclos ao qual este resiste em fadiga, em função da tensão limite de

resistência à fadiga do material por meio da equação (2.11) conhecida como equação de Basquin, expressa a seguir:

$$\sigma_a = \sigma_f (2N_f)^b, \quad (2.11)$$

onde  $b$  é o expoente de resistência à fadiga (ou expoente de Basquin). O parâmetro  $b$  é obtido a partir de ensaios axiais em corpos de prova não entalhados. A Figura 2.17 apresenta desenho esquemático de curvas S-N para um aço e uma liga de alumínio, sob ciclo de carregamento com tensão média nula.

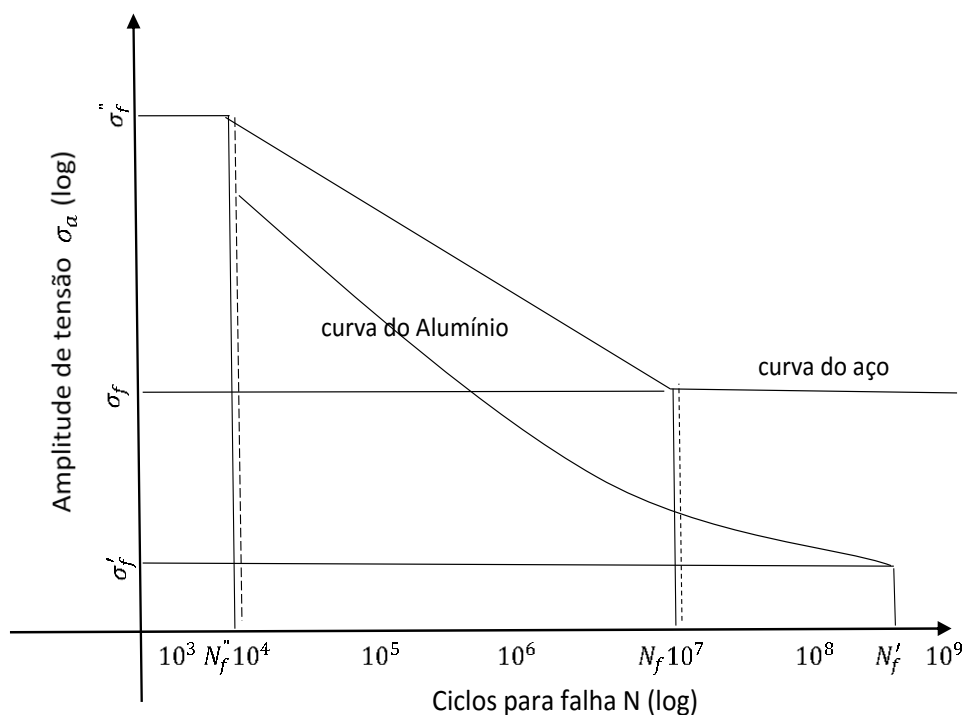


Figura 2.17: Curvas S-N esquemáticas para um aço maciço e uma liga de alumínio.

As curvas S-N representadas na Figura 2.17 estão divididas em três regiões distintas de acordo com o número de ciclos: Primeira região na qual  $N < (10^4 \text{ a } 10^5)$ , é chamada de zona de fadiga de baixo número de ciclos ou fadiga de baixo ciclo. Nesta zona as tensões e extensões na peça são predominantemente plásticas. Nesta zona, muitos ensaios são feitos controlando a deformação plástica ( $\epsilon$ -N) em vez de carga ou tensão (S-N). A fadiga de baixo ciclo tem leis de comportamento próprias, as quais não serão objeto de estudo deste trabalho. Na segunda região  $N$  varia na faixa de  $10^5$  a  $10^7$ , e assim como na primeira região, quanto maior a amplitude de tensão ( $\sigma_a$ ), aplicada, menor será o número de ciclos até a falha ( $N_f$ ). Na terceira região,  $N > 10^7$ , para o aço, a curva S-N torna-se horizontal a



partir de uma determinada tensão limite ( $\sigma'_f$ ), que funciona como assíntota da curva. Para tensões abaixo desta tensão limite, denominada tensão limite de fadiga, o material poderá provavelmente suportar um número infinito de ciclos sem romper. Entretanto, este comportamento não pode ser generalizado porque em muitos metais não ferrosos, como o alumínio, magnésio e ligas de cobre, a curva S-N tem uma inclinação que decresce gradualmente com o número de ciclos de ruptura (BRANCO C. M., 1986). Estes materiais não têm um limite de fadiga verdadeiro porque a curva S-N nunca se torna assintótica ao eixo das abscissas. Nos materiais que não tenham limite de fadiga verdadeiro (como o alumínio) Figura 2.18 pode se definir uma tensão limite de fadiga para  $10^8$  ciclos (BRANCO C. M., 1986). Chama-se resistência à fadiga, a tensão alternada  $\sigma_a$  que aparece indicada no eixo das ordenadas da curva S-N Figura 2.18. A resistência à fadiga se define, portanto, sempre em relação a uma determinada duração ou número de ciclos até a falha, exceto para a tensão limite de fadiga, que corresponde a uma duração provavelmente infinita. Segundo DOWLING, (2007), através dos dados experimentais de um ensaio de fadiga axial, gera-se o gráfico S-N em escala log-linear, cuja curva pode ser aproximadamente representada pela equação (2.12):

$$\sigma_a = S_a = C + D \log(N_f) , \quad (2.12)$$

na qual  $C$  e  $D$  são parâmetros constantes do material. Esse gráfico também pode ser apresentado em escala log-log onde a equação linearizada será expressada pela equação (2.13):

$$\sigma_a = S_a = A(N_f)^b . \quad (2.13)$$

Os parâmetros  $A$  e  $b$  da equação (2.13), referem-se a constantes do material e são obtidos após o levantamento da curva experimental. A Figura 2.18 apresenta duas curvas características de S-N.

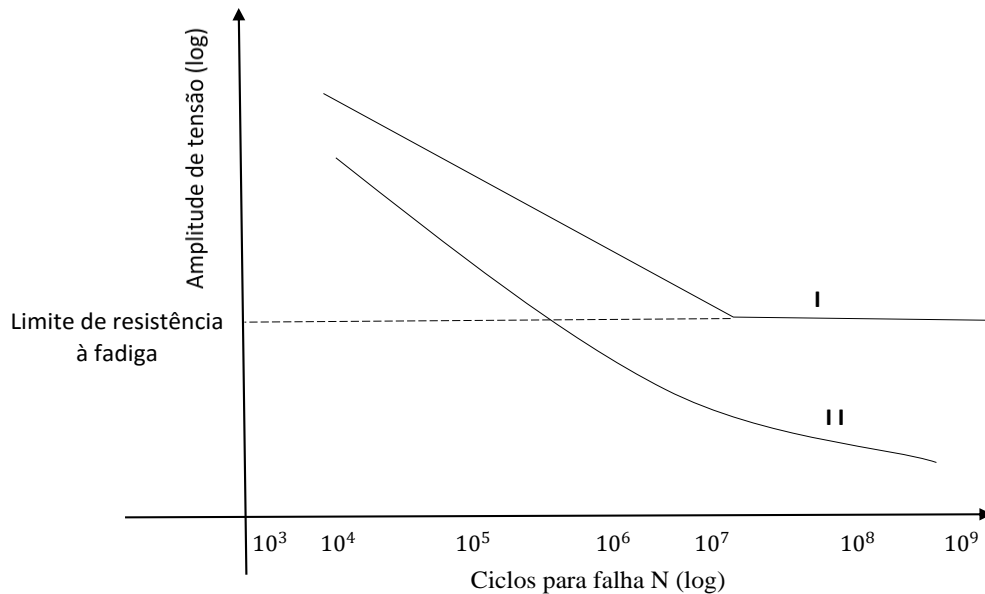


Figura 2.18: Curvas de Wohler. (I) Aço apresentando um limite de fadiga e (II) liga não ferrosa (alumínio) onde não foi encontrado limite de fadiga.

## 2.4 MECÂNICA DA FRATURA

Mecânica da Fratura é a área da mecânica que lida com o estudo do comportamento de trincas no material. Usa os métodos analíticos da mecânica dos sólidos para calcular as forças atuantes na trinca e os métodos da mecânica dos sólidos experimental para caracterizar a resistência do material à fratura. Dentro da ciência de materiais, a mecânica da fratura é uma ferramenta importante para melhoria do desempenho mecânico de materiais e componentes. Pode-se aplicar a física das tensões e deformações, em particular das teorias de elasticidade e plasticidade, para os defeitos microscópicos encontrados em materiais reais com a finalidade de prever a falha mecânica dos objetos e corpos macroscópicos (UNB, 2015).

A Mecânica da Fratura permite quantificar, de maneira geral, com certa precisão, os níveis de operação de um componente com trincas, sem que esse venha a falhar. Este aspecto é importante em peças de elevado custo de fabricação, peças que após danificadas possam causar danos ambientais ou mesmo que estão sujeitas à ocorrência de defeitos, como, por exemplo, grandes rotores fundidos ou soldados, reservatórios soldados e oleodutos (ANDERSON, 2005). É bem comum uma fratura ocorrer em uma estrutura aparentemente não danificada quando solicitada ciclicamente. Usualmente, isso pode ser causado por micro falhas na estrutura de onde ocorre a nucleação das trincas. Nessas condições, a trinca pode crescer a partir de um concentrador de tensões, diminuindo a resistência mecânica da

estrutura até seu colapso (MANDAI, 2010). A presença de uma trinca não condena um componente do ponto de vista estrutural, porém, caso haja algum tipo de solicitação mecânica é necessário saber quanto tempo essa trinca inicial levará até alcançar um tamanho crítico no qual o componente se tornará inseguro e falhará (ANDERSON, 2005).

De acordo com a Mecânica da Fratura a tolerância ao dano é uma propriedade que uma estrutura possui para suportar a presença de uma trinca de maneira segura. A modelagem matemática para fazer esse tipo de análise em estruturas com trincas é feita pela Teoria da Elasticidade, que fornece os conceitos e equações necessárias para a determinação do crescimento da trinca e o quanto a estrutura pode suportar. Essa abordagem procura considerar o campo de tensões e deformações junto a defeitos em componentes (MANDAI, 2010). As técnicas da mecânica da fratura baseiam-se no comportamento linear-elástico ou mecânica da fratura linear elástica (MFLE), parâmetro representativo do campo de tensões à frente de um defeito, ou pelo comportamento elastoplástico ou também conhecido como mecânica da fratura elastoplástica (MFEP), capacidade de deformação localizada à frente de defeitos, esse comportamento em materiais nem sempre é facilmente previsível.

O crescimento de trincas pode ocorrer de forma estável ou instável, no caso estável acontece bem antes que ocorra a fratura final, sendo este mecanismo conhecido como trincamento, já a propagação de trinca de maneira instável é conhecida como fraturamento, pois a fratura final é em geral um evento terminal. O crescimento da trinca pode acontecer basicamente de três maneiras (HANDBOOK, 1987):

Fratura dúctil: ocorre a deformação substancial do material até a falha. Inicialmente ocorre o descolamento das inclusões, que em seguida dará lugar a microcavidades o crescimento dessas microcavidades (coalescimento de micro vazios) é que provocará a ruptura. Na Figura 2.19 é ilustrada microcavidades na seção de ruptura.

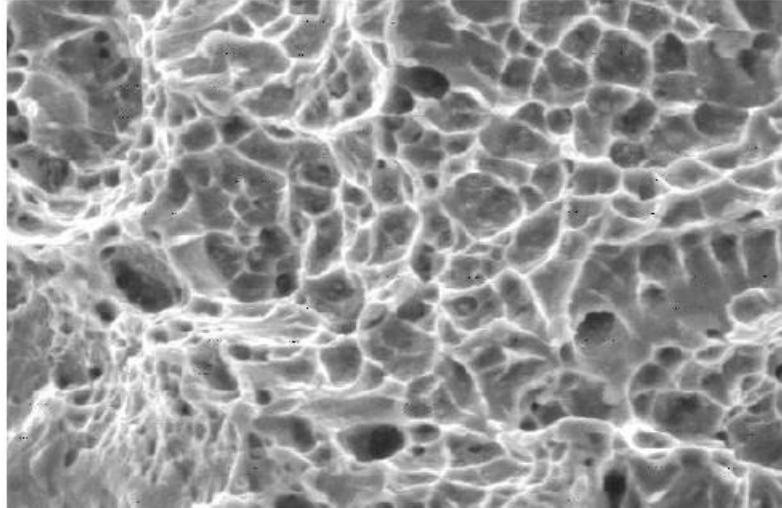


Figura 2.19. Microcavidades na seção de ruptura (HANDBOOK, 1987)

Fratura frágil: ocorre pouca deformação do material, envolvendo a separação dos planos cristalinos, esse tipo de fratura é mostrado na Figura 2.20.

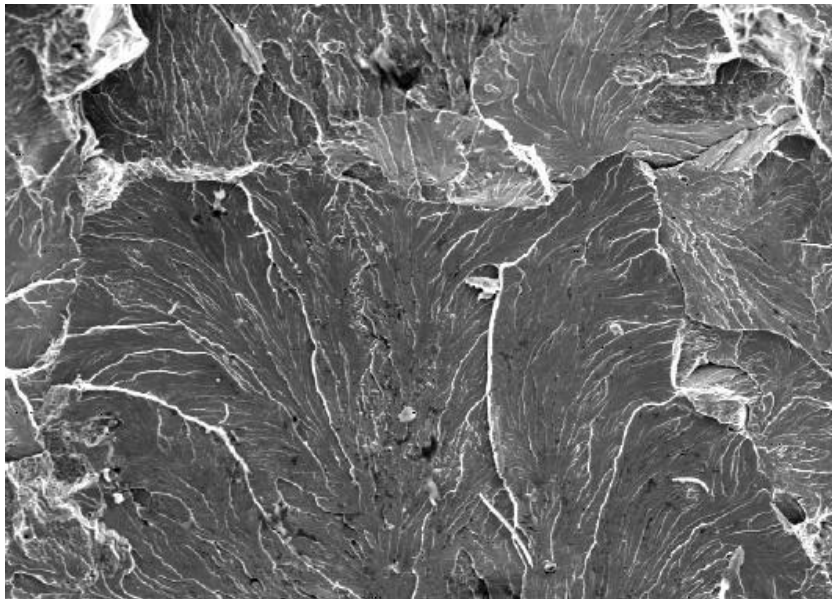


Figura 2.20. Facetas de clivagem, indicando o sentido de propagação da trinca. (HANDBOOK, 1987)

Fratura intergranular: ocorre a separação do material ao longo dos contornos de grão, mostrada na Figura 2.21.E esse mecanismo é extremamente frágil, facilitado pela presença de grãos grosseiros.

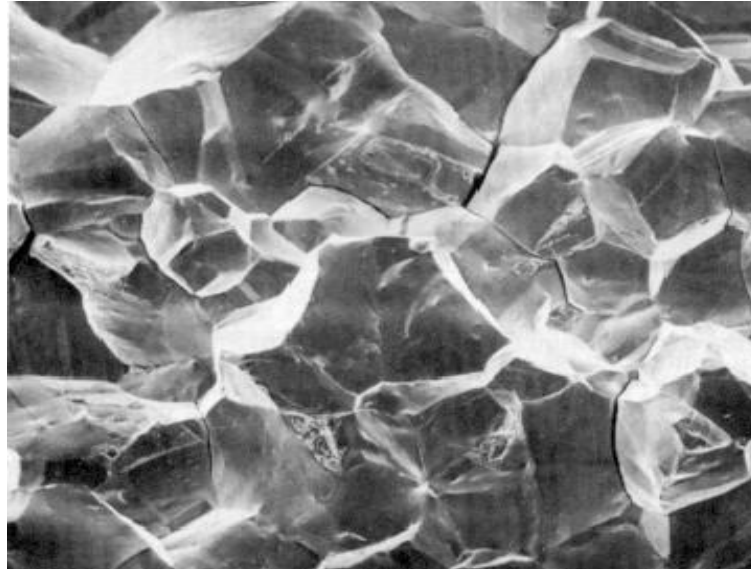


Figura 2.21. Mecanismo de separação intergranular (HANDBOOK, 1987)

#### 2.4.1 Mecânica da Fratura Linear Elástica

A Mecânica da Fratura permite prever a velocidade de crescimento das fissuras. Com isso torna possível estabelecer uma política de inspeção e de manutenção, com intervalos de inspeção obtidos de forma que uma trinca eventual não atinja o tamanho crítico, sem que antes seja detectada em uma inspeção. Assim, a programação de inspeções é estabelecida como ponto de partida para um projeto, formando um conjunto consistente. A fratura, de um modo geral, consiste na separação ou fragmentação de um corpo sólido em duas ou mais partes, pela ação de tensões (DOWLING, 2007). A fratura pela propagação de trincas pode ser induzida de várias maneiras, como pela aplicação de cargas lentas, de impacto, por fadiga, devido a gradientes de temperatura ou ainda por deformações dependentes do tempo. Neste ponto do trabalho será feita uma abordagem do comportamento do material na presença de uma trinca, com uma introdução à Mecânica da Fratura Elástica Linear. Dentro da Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE) é possível que sejam averiguados problemas relacionados à fratura de materiais predominantemente em regime elástico ou cujo comportamento inelástico seja supostamente desprezível ou com atuação muito localizada. Devido à característica inerente da fratura ocorrer em materiais frágeis, a MFLE também pode ser chamada de Mecânica da Fratura Frágil (Pastoukhov e Voorwald, 1995).

### 2.4.2 Modos de abertura de trincas

Um membro trincado pode ser carregado por um dos modos ou por uma combinação dos modos de deslocamento ilustrados na Figura 2.22. O modo I é chamado de modo de abertura por tração, com deslocamentos das superfícies da trinca na direção do plano ortogonal ao sentido de propagação da trinca. Já no modo II, também chamado de modo de deslizamento, ocorre um carregamento em cisalhamento, com deslocamentos das superfícies da trinca no plano que a contém. Por fim, no modo III, carregamento em cisalhamento (rasgamento), ocorre deslocamento das superfícies das trincas no plano da trinca, promovendo um empenamento relativo entre as duas partes divididas pela trinca. O modo I é causado por tensões de tração ao passo que os demais modos são causados por tensões de cisalhamento, entretanto em diferentes direções. A maior parte dos problemas de engenharia relacionados à propagação de trincas envolve o Modo I. Para cada modo de carregamento existe um fator de intensidade de tensão associado, de tal forma que os fatores de intensidade de tensão  $K_I$ ,  $K_{II}$  e  $K_{III}$  estão associados aos modos I, II e III, respectivamente (DOWLING, 2007). É comum, também, que a propagação de trincas ocorra por combinação de alguns dos modos de carregamento, principalmente dos modos I e II.

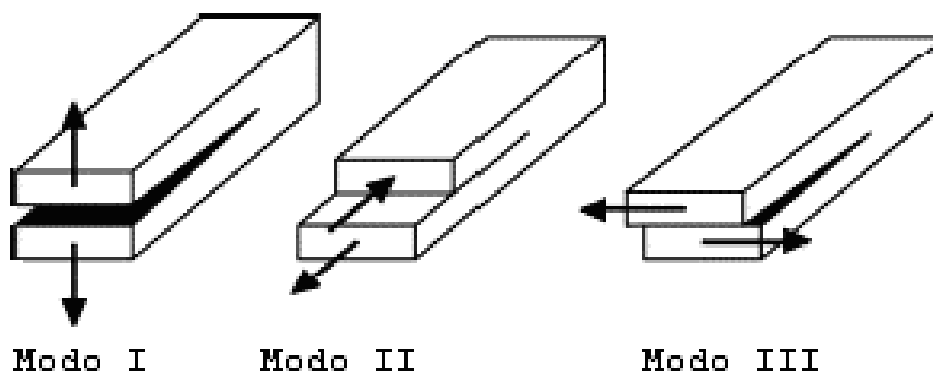


Figura 2.22. Diferentes modos de abertura em uma trinca (MANDAI, 2010).

### 2.4.3 Fator de Intensidade de Tensão

O fator de intensidade de tensão  $K$  é uma medida necessária para determinação da estabilidade de uma trinca à fratura e para estimar a propagação de trincas solicitadas ciclicamente. Dessa maneira, o fator de intensidade de tensões tem sido compilado em diversos manuais para diversas situações de geometria e carregamento. Entretanto, em muitas situações a geometria é tão complexa que uma expressão para  $K$  pode não ser encontrada em tais referências. Com isso, geralmente, se utiliza os métodos numéricos como ferramenta que se caracteriza pela facilidade na descrição de geometrias e das condições de contorno.

Um sistema de coordenadas para descrever o campo de tensões na vizinhança da trinca é apresentado na Figura 2.23, esse sistema de coordenadas polares  $r$  e  $\theta$  são usados no plano x-y, que é normal ao plano da trinca. Para qualquer caso de carregamento em tração (modo I), as tensões próximas a ponta da trinca são funções tanto da distância radial  $r$  como do ângulo  $\theta$ , de acordo como se segue:

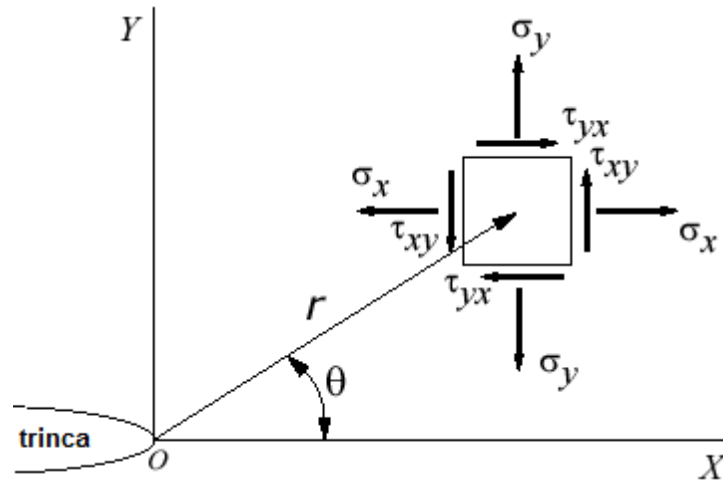


Figura 2.23: Coordenadas na ponta da trinca.

$$\sigma_x = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[ 1 - \operatorname{sen} \frac{\theta}{2} \operatorname{sen} \frac{3\theta}{2} \right] + \dots, \quad (2.14)$$

$$\sigma_y = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[ 1 + \operatorname{sen} \frac{\theta}{2} \operatorname{sen} \frac{3\theta}{2} \right] + \dots, \quad (2.15)$$

$$\tau_{xy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \operatorname{sen} \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} + \dots, \quad (2.16)$$

$$\sigma_z = 0 \text{ EPT (Estado Plano de Tensões)}, \quad (2.17)$$

$$\sigma_z = \nu(\sigma_x + \sigma_y) \text{ EPD (Estado Plano de Deformações)}, \quad (2.18)$$

$$\tau_{yz} = \tau_{zx} = 0. \quad (2.19)$$

Essas equações são baseadas na Teoria da Elasticidade e descrevem o campo de tensões nas proximidades da ponta da trinca. Tais soluções foram propostas por Westergaard em 1939. A partir dessas equações pode-se inferir que as tensões aumentam rapidamente nas proximidades da trinca. As componentes não-nulas nas equações (2.14),(2.15) e (2.16) se aproximam de infinito à medida que  $r$  se aproxima de zero, como ilustra a Figura 2.24. Isso é causado especificamente se as tensões forem proporcionais ao inverso de  $r$ . Com isso, existe uma singularidade matemática no modelo que define a ponta da trinca, logo nenhum valor de tensão na ponta da trinca pode ser previsto por estas equações. Verifica-se também que todas as componentes não nulas nas equações (2.14), (2.15) e (2.16) são proporcionais à quantidade  $K_I$  e os fatores restantes fornecem a variação com  $r$  e  $\theta$ . Assim, a magnitude do campo de tensões próximo à ponta da trinca pode ser caracterizada pelo valor do fator  $K_I$ . Esse fator é uma medida da severidade da trinca, e sua definição é dada pela equação (2.20):

$$K_I = \lim_{r, \theta \rightarrow 0} (\sigma_y \sqrt{2\pi r}). \quad (2.20)$$

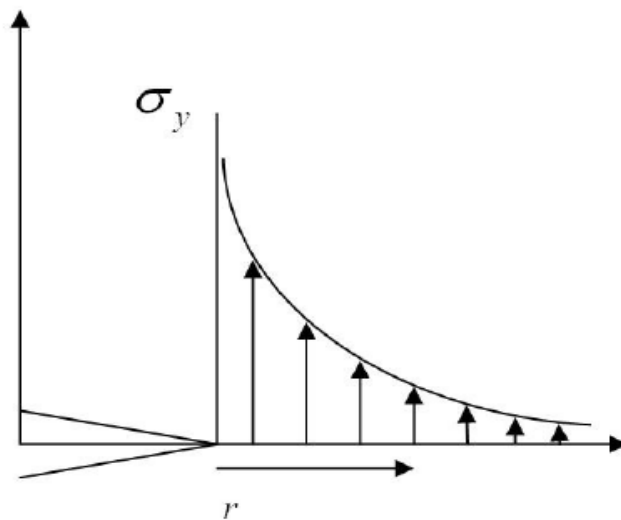


Figura 2.24: Distribuição elástica da tensão na região da trinca.

Na prática os materiais, em particular os metais, possuem uma tensão de escoamento acima da qual eles se deformam plasticamente. Isso significa que haverá uma região ao redor da ponta da trinca onde a deformação plástica ocorrerá, implicando que a singularidade no campo de tensões não se observa para materiais reais. Essa singularidade é uma característica do modelo matemático. A região plástica na ponta da trinca é explicada na seção 2.4.6.



#### 2.4.4 Tenacidade à Fratura

A tenacidade à fratura  $K_{IC}$  de um material caracteriza sua resistência ao crescimento de uma trinca, ou seja, a quantidade de energia que o material pode absorver até o momento da falha. Essa propriedade é uma maneira quantitativa de expressar a resistência à fratura frágil de um material quando uma trinca está presente. A fratura irá ocorrer quando o valor de  $K$  (fator de intensidade de tensões) superar o valor de  $K_{IC}$ . Valores baixos de tenacidade à fratura costumam ocorrer em materiais frágeis, enquanto que valores altos de tenacidade à fratura ocorrerem em materiais dúcteis. O valor de  $K_{IC}$  também é conhecido como tenacidade à fratura sob condições de estado plano de deformações. Um mesmo valor de  $K_{IC}$  pode ser obtido testando corpos de prova de um mesmo material, porém, com diferentes geometrias e sob combinações críticas de tamanhos e formas de trinca. Essa é uma característica que define a universalidade das equações para o estado de tensões na ponta da trinca, como mostrado na seção 2.4.4, que podem ser aplicadas a qualquer tipo de entalhe.

#### 2.4.5 Zona Plástica na Região da Trinca

Como visto na solução do campo de tensões para a região da ponta de trinca, mostrada nas equações (2.14), (2.15) e (2.16), foi mostrado que matematicamente sempre existirá uma singularidade nessa região. Porém, em um caso prático, quando submetidos a uma tensão acima da tensão de escoamento os metais tendem a escoar, o que provoca uma deformação plástica na região. E quando submetida a uma tensão, sempre haverá uma região próxima da ponta da trinca onde o material se deformará plasticamente e a tensão nunca alcançará o infinito. O caso de tensões infinitas na ponta da trinca é válido apenas do ponto de vista da teoria da elasticidade, pois a Lei de Hooke não impõe limitações para tensões e deformações (BROEK, 1988). Sob estado plano de deformação, a tensão  $\sigma_z$  é não nula, isso faz com que as tensões  $\sigma_x = \sigma_y$  necessárias para causar escoamento sejam aumentadas, em contrapartida o tamanho da zona plástica é diminuído em relação ao estado plano de tensão. Esse aumento na resistência ao escoamento é causado por uma restrição geométrica e resulta em um estado hidrostático de tensões na região da trinca. Considerando o interior de uma geometria onde se observa o estado plano de deformação, sempre haverá o caso de estado plano de tensões em sua superfície. Com a existência do estado plano de deformações no interior da geometria, a tensão  $\sigma_z$  aumentará gradualmente de zero (na superfície) até o valor do estado plano de deformações no interior (DIXON, 1965) como ilustrado na Figura 2.25. Consequentemente, a zona plástica diminui gradualmente do tamanho do estado plano de

tensões na superfície até o tamanho do estado plano de deformações no interior da geometria. O estado de tensões influencia o tamanho da zona plástica, por outro lado, o tamanho da zona plástica influencia o estado de tensões. A ocorrência do estado plano de deformação implica que a deformação plástica só vai ocorrer quando o nível das tensões principais exceder em muito a tensão de escoamento.

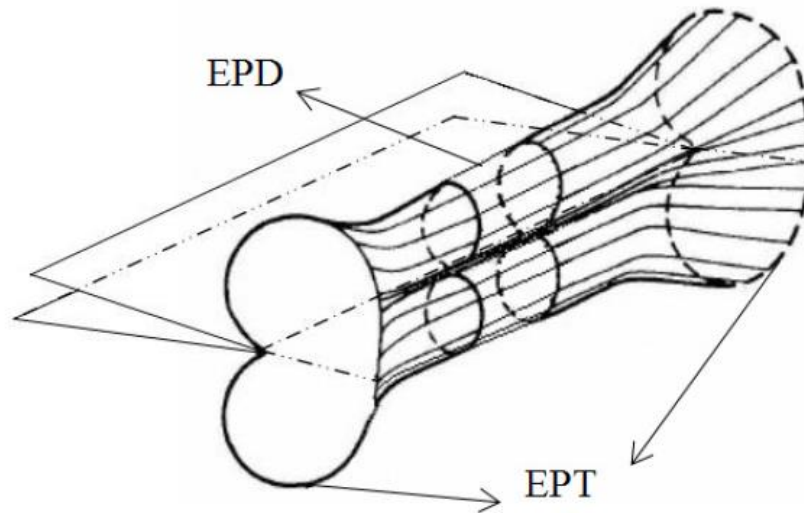


Figura 2.25: Esquema tridimensional da região da zona plástica.

Para melhor entendimento a respeito do formato da zona de plastificação na ponta da trinca deve-se impor um critério de escoamento do material, podendo ser o critério de Von Mises ou de Tresca. Adotando-se o critério de Von Mises, tem-se:

$$(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 \leq 2(\sigma_{esc})^2, \quad (2.21)$$

onde  $\sigma_{esc}$  é a tensão de escoamento no caso uniaxial. No plano onde  $\theta = 0^\circ$  e na condição  $r > 0$  as tensões principais  $\sigma_1$  e  $\sigma_2$  são iguais e atuam nas direções X e Y. Assim, a fronteira que define a zona plástica em função de  $\theta$  é obtida substituindo-se as equações que definem o campo de tensões na ponta da trinca na equação de Von Mises, equação (2.21).

$$\frac{K^2}{2\pi r} \left[ \frac{3}{2} \text{sen}^2 \theta + (1 - 2\nu)^2 (1 + \text{cos} \theta) \right] = 2(\sigma_{esc})^2 \quad EPD, \quad (2.22)$$

$$\frac{K^2}{2\pi r} \left[ 1 + \frac{3}{2} \text{sen}^2\theta + \text{cos}\theta \right] = 2(\sigma_{esc})^2 \quad EPT, \quad (2.23)$$

Com isso o raio da zona plástica ( $r_p$ ) em função de  $\theta$  pode ser escrito como:

$$r_p(\theta) = \frac{K^2}{4\pi(\sigma_{esc})^2} \left[ \frac{3}{2} \text{sen}^2\theta + (1 - 2\nu)^2(1 + \text{cos}\theta) \right] = EPD, \quad (2.24)$$

$$r_p(\theta) = \frac{K^2}{4\pi(\sigma_{esc})^2} \left[ 1 + \frac{3}{2} \text{sen}^2\theta + \text{cos}\theta \right] = EPT. \quad (2.25)$$

A região que define as zonas plásticas para o estado plano de tensões e estado plano de deformações pode então ser representada graficamente partindo-se das equações (2.24) e (2.25) definindo-se assim o tamanho da zona plástica para o caso em questão. A relação entre o raio da região da zona plástica ( $r_p$ ) com a espessura  $\frac{r_p}{B}$  é um importante fator para a condição do estado de tensões na ponta da trinca. O estado plano de tensões prevalecerá caso o tamanho da zona plástica seja da mesma ordem da espessura da geometria (BROEK, 1982). Essa relação  $\frac{r_p}{B}$  deve ser apreciavelmente menor que um valor unitário para que o estado plano de deformações prevaleça por toda espessura da placa. Experimentalmente foi visto que o comportamento da trinca se comporta no estado plano de deformações se  $\frac{r_p}{B}$  for da ordem de 0,025 (BROEK, 1982). Para manter o estado plano de deformações ao longo da maior parte da região da trinca a espessura da geometria deve ser suficientemente larga, pois a espessura afeta diretamente no estado de tensões na ponta da trinca.

#### 2.4.6 Campo de Validade da Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE)

A MFLE normalmente é utilizada em situações em que a fratura ocorre ainda no regime linear-elástico. Isto pode ocorrer para ligas de alta resistência mecânica ou mesmo em ligas com resistência moderada desde que empregadas em uma espessura de dimensão razoável. Como visto na seção (2.4.6), é a espessura que ditará se o regime é o estado plano de deformação (estado triaxial de tensões) em que a mecânica da fratura linear elástica é aplicável, ou o estado plano de tensão (estado biaxial de tensões) em que a mecânica da

fratura elastoplástica é aplicável. A MFLE pode ser empregada com sucesso à medida que a zona plástica for pequena em relação ao tamanho da trinca e das dimensões da estrutura que a contém. O sucesso da MFLE em estabelecer um tamanho de trinca crítico, desenvolvido teoricamente e comprovado na prática, fica restrito para casos em que não há uma deformação plástica apreciável acompanhando a fratura. É importante ressaltar ainda que tanto a espessura como o comprimento da trinca devem obedecer a uma relação para que o estado plano de deformações seja considerado (*ASTM E399*). Tal relação (2.26) é a seguinte:

$$B, a, (W - a) \geq 2,5 \left( \frac{K_{IC}}{\sigma_{esc}} \right)^2, \quad (2.26)$$

Onde  $B$  é a espessura,  $a$  é o comprimento da trinca,  $W$  é a largura do espécime,  $K_{IC}$  é o valor de tenacidade à fratura do material e  $\sigma_{esc}$  é o valor da tensão de escoamento do mesmo. Ao ocorrer a fratura de um corpo, para alguns tipos de materiais, sempre há uma região plastificada na ponta da fissura. Apesar disso, em muitas vezes a existência dessa plastificação pode ser negligenciada sem prejudicar a simulação do comportamento da fissura, quando esta tem dimensão pequena em relação à região  $K$  dominante. Nesses casos, é possível aplicar a mecânica da fratura linear elástica. Nos casos em que estas condições não se verificam, é preciso considerar a plastificação, aplicando-se então os conceitos da mecânica da fratura elastoplástica.

#### 2.4.7 Propagação de trincas por fadiga

A teoria da mecânica da fratura linear elástica fornece um modelo para descrever a propagação de trincas por fadiga, onde geralmente este é aplicado em regimes de fadiga com baixos níveis de deformação plástica. Tensões cíclicas de amplitude constante são definidas por três parâmetros, tensão média,  $\sigma_m$ , amplitude de tensão,  $\sigma_a$ , e a frequência  $\omega$ , onde apenas dois parâmetros são necessários para descrever as tensões em um carregamento cíclico de amplitude constante (MANDAI, 2010).

Um mecanismo para crescimento de trincas por fadiga é mostrado na Figura 2.26 onde mesmo sob carregamentos de baixa intensidade ainda há deformação plástica na ponta da trinca causada pelo concentrador de tensões. Essa deformação plástica é provocada pelo escorregamento dos planos cristalinos e o resultado do escorregamento desses planos complementares é uma ponta de trinca não pontiaguda. No momento do descarregamento (ou carregamento de compressão) a ponta da trinca se torna pontiaguda novamente. Esse processo é irreversível, sendo provocado pela oxidação e desordem do material recentemente

exposto ao longo dos escorregamentos dos planos. Para os próximos ciclos de carregamento esse processo é repetido diversas vezes, causando um aumento de trinca da ordem de  $\Delta a$  para cada ciclo (SÁ, 2013).

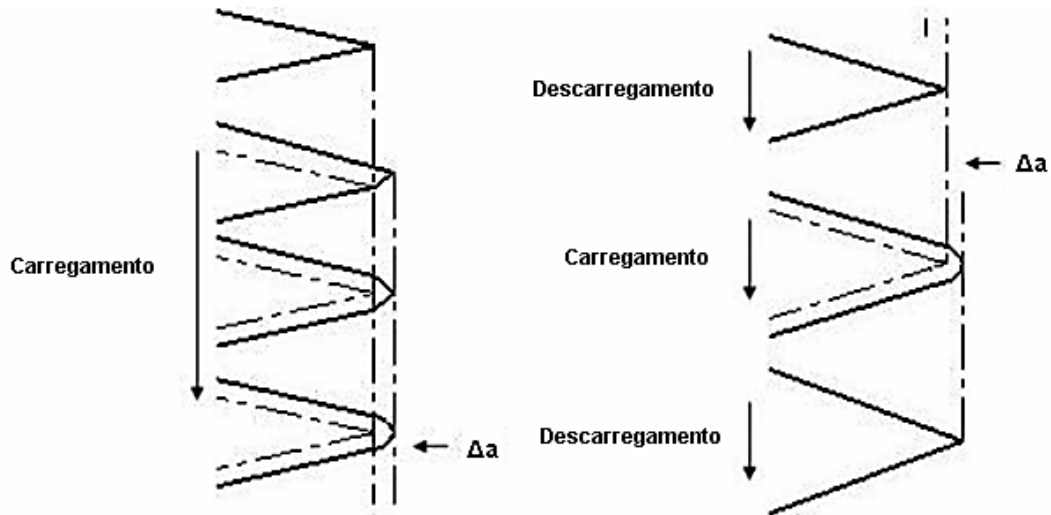


Figura 2.26: Crescimento de trincas por fadiga (MANDAI, 2010).

Com base na teoria da Mecânica da Fratura Linear Elástica pode-se verificar que para um espécime padrão a distribuição de tensões é única para cada tamanho de trinca e condição de carregamento, resultando em um valor do fator de intensidade de tensões. Se duas diferentes trincas de mesmo material possuem o mesmo fator de intensidade de tensão, pode-se dizer que elas se comportarão da mesma maneira. Por conseguinte, se os fatores de intensidade de tensão são iguais, a resposta das trincas será a mesma. Isso significa que a taxa de crescimento da trinca será a mesma para os dois casos, desde que  $\Delta K$  seja o mesmo (BROEK, 1982).

A preocupação principal acerca da presença de uma trinca em uma peça é quanto tempo vai levar para a trinca crescer de um tamanho inicial a um certo tamanho máximo permissível, isto é, um tamanho de trinca onde seja possível garantir que a propagação não seja catastrófica e, conseqüentemente, as falhas sejam evitáveis. Em geral, observações experimentais mostram que uma trinca se propaga a uma pequena quantidade a cada ciclo de carregamento e que o seu crescimento será tanto maior quanto maior for a amplitude do carregamento. Essa amplitude de carregamento pode ser relacionada com a taxa de carregamento, que é dada por  $R = \sigma_{min}/\sigma_{máx}$ . Sob a ação de carregamentos cíclicos trincas podem ser iniciadas como resultado de uma deformação plástica induzida. Mesmo que a tensão nominal seja abaixo da tensão limite, em certas regiões a tensão pode estar acima da tensão

de escoamento do material devido a concentradores de tensões. Outro fator que influencia a taxa de crescimento da trinca é o fator de intensidade de tensão  $K$ , e essa influência é diretamente proporcional ao crescimento da trinca. Assim, temos que a taxa de crescimento da trinca pode ser escrita como uma função de  $\Delta K$  e de  $a$  conforme equação (2.27) (MANDAI, 2010).

$$\frac{da}{dN} = f(\Delta K, a). \quad (2.27)$$

PARIS e ERDOGAN relacionaram a taxa de propagação de uma trinca com o fator de intensidade de tensões, essa relação ficou conhecida como equação de Paris, a qual é apresentada pela equação (2.28)

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m, \quad (2.28)$$

onde ocorre que vários materiais metálicos o valor de  $m$  varia entre 2 e 5. O valor de  $C$  é fortemente dependente do material, o que leva a diferentes valores, em geral entre  $10^{-6}$  e  $10^{-8}$ . O valor de  $a$  é o comprimento da trinca e  $N$  o número de ciclos do processo (DOWLING, 2007).

#### 2.4.8 Diagrama para o crescimento de trincas por fadiga

Na Figura 2.27 é ilustrado um diagrama esquemático representando o comportamento detalhado para o crescimento de trincas.

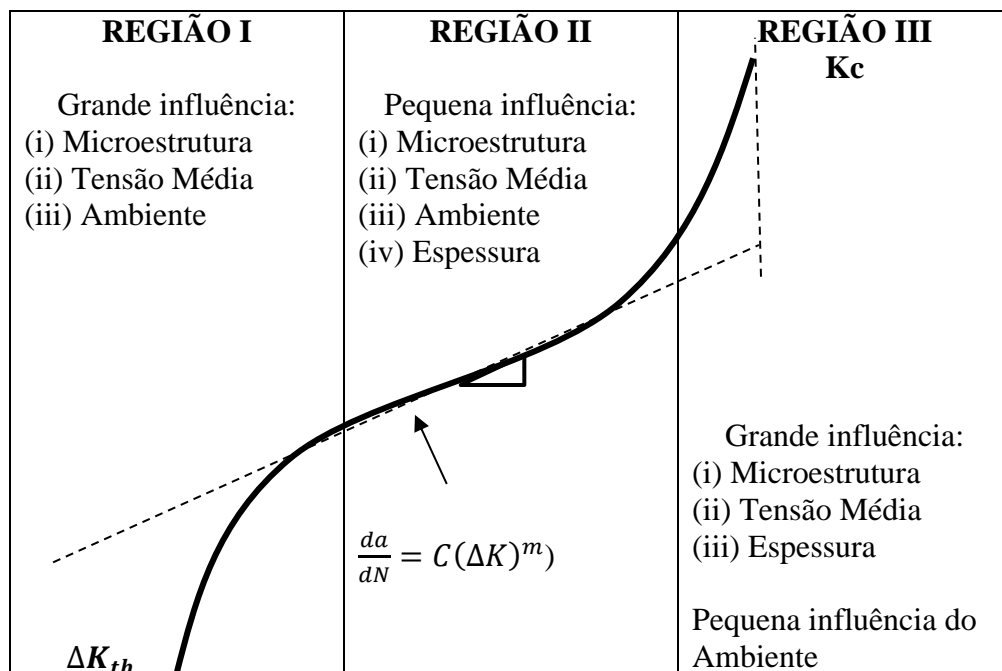


Figura 2.27: Curva de propagação de trincas esquemática.

Para diversos materiais existe um valor limite do fator de intensidade de tensão, conhecido como  $\Delta K_{th}$  (*threshold*) para o qual não há propagação de trinca por fadiga ou onde o crescimento não é detectável para fins práticos. Um bom conhecimento de  $\Delta K_{th}$  permite estimar um valor permissível de tamanho da trinca e/ou carregamento aplicado para se evitar o crescimento da trinca. Porém, pouco ainda se sabe do ponto de vista mecânico e metalúrgico sobre os micros mecanismos associados à propagação de trincas nas proximidades desse limiar de  $\Delta K$ . (MANDAI, 2010). Os estágios do diagrama  $da/dN$  são detalhados a seguir:

**REGIÃO I:** Esse é um processo onde o crescimento da trinca ocorre bem lentamente, onde a trinca passa a crescer depois que o fator de intensidade de tensões alcança o valor limiar  $\Delta K_{th}$ . Geralmente a taxa de crescimento fica na ordem de  $10^{-7}$  mm/ciclo. Na região I o crescimento da trinca é descontínuo, gerado por micro mecanismos intragranulares que dependem fortemente de parâmetros micro estruturais, das tensões médias, da agressividade do meio ambiente e do dano superficial. o limiar da trinca por fadiga é um valor que depende de diversos fatores: tipo de material, razão de carregamento  $R$ , e as condições do ambiente. Esse valor limiar,  $\Delta K_{th}$ , é o valor assintótico de  $\Delta K$  onde a taxa  $da/dN$  se aproxima de zero. No entanto esse valor da taxa  $da/dN$  pode ser considerado nulo quando a taxa de crescimento da trinca estiver próxima de  $10^{-7}$  mm/ciclo. Tal taxa de crescimento de trinca é extremamente lenta, onde para valores em que essa taxa é considerada nula tem-se um crescimento entre 1 mm/dia e 1 mm/semana para uma frequência de ensaio de 50 Hz.

**REGIÃO II:** Essa região é caracterizada pela validade da equação de Paris e depende pouco da microestrutura, da carga média, do meio ambiente e da espessura do espécime. Nessa região ocorre a propagação estável da trinca, ou seja, é a região onde se pode fazer a previsão da vida do componente trincado. As estriações, que são parâmetros superficiais de fadiga vistos apenas em um microscópio de escaneamento eletrônico, representam sucessivamente o avanço de cada ciclo de carregamento. A estimativa de número de ciclos pode ser realizada a partir da equação (2.29):

$$N = \int_{a_i}^{a_f} \frac{da}{f(\Delta K, a)}, \quad (2.29)$$

Essa integral fornece o número de ciclos necessários para a trinca crescer de um tamanho

inicial  $a_i$  até um tamanho final  $a_f$ . A Equação (2.29) é válida para um caso bem geral, outras equações para casos específicos podem ser encontradas na literatura.

**REGIÃO III:** Essa região depende fortemente dos parâmetros microestruturais da região I e da espessura do espécime. Quando a trinca atinge a região III ocorre seu crescimento instável, ou seja, a trinca alcançou um determinado tamanho crítico. Ocorre quando o fator de intensidade de tensão atinge um valor máximo,  $K_{máx}$ , que coincide com a tenacidade à fratura do material em questão. O valor do tamanho de trinca crítico onde ocorre o  $K_{máx}$  é dado pela equação (2.30):

$$a_c = \frac{1}{\pi} \left( \frac{K_c}{F\sigma_{max}} \right)^2. \quad (2.30)$$

#### 2.4.9 Influência da Razão de Carregamento

Inicialmente imaginava-se que curva  $da/dN$  era basicamente função de  $\Delta K$ , porém, existem outros fatores que influenciam na curva e que por vezes são negligenciados. Experimentalmente foi constatado que a razão de carregamento,  $R$ , pode afetar o comportamento do crescimento da trinca para diversos tipos de materiais. Um aumento em  $R$  causa um aumento na taxa de crescimento da trinca para um dado  $\Delta K$ , tal efeito é mais evidente em materiais frágeis. Por outro lado, a variação de  $R$  para materiais dúcteis não apresenta grande influência na região intermediária da curva  $da/dN$  versus  $\Delta K$  (DOWLING, 2007). Entretanto, o modelo de Paris, quando comparado com dados experimentais, não representa fielmente a realidade para diversos casos. Assim, foram propostos outros modelos que visam obter uma melhor aproximação para um caso real. Esses modelos são modificações realizadas em cima da equação original proposta por Paris e consideram alguns fatores que o modelo de Paris não leva em conta. Dentre as desvantagens do Modelo de Paris, incluem-se:

1. Não é sensível aos efeitos da carga média e de  $\Delta K_{th}$ .
2. É muito conservativo para valores baixos de  $\Delta K$ .
3. É não-conservativo para altos valores de  $\Delta K$ .

O modelo de Elber (ELBER, 1971), descrito pela equação (2.31) é o mais simples, descreve bem as regiões I e II, mas gera resultados não-conservativos em  $\Delta K$  baixos



com R alto e em  $\Delta K$  altos. Os valores de  $C_e$  e  $m_e$  são referentes às constantes da equação de Elber.

$$\frac{da}{dN} = C_e (\Delta K - \Delta K_{th})^{m_e}, \quad (2.31)$$

O modelo de Forman (FORMAN, 1967), descrito pela equação (2.32) embora não descreva bem a região I, é capaz de modelar a região III. Os valores de  $C_f$  e  $m_f$  são referentes às constantes da equação de Forman.

$$\frac{da}{dN} = \frac{C_f \Delta K^{m_f}}{(1-R)K_c - \Delta K}, \quad (2.32)$$

O modelo de Priddle, descrito pela equação (2.33) é capaz de modelar bem as três regiões, no entanto não reconhece os efeitos da carga média em  $\Delta K_{th}$ . Os valores de  $C_p$  e  $m_p$  são referentes às constantes da equação de Priddle (PRIDDLE, 2007).

$$\frac{da}{dN} = C_p \left( \frac{\Delta k - \Delta K_{th}}{K_c - K_{máx}} \right)^{m_p}, \quad (2.33)$$

O modelo proposto por Walker (WALKER, 1970), descrito pela equação (2.34) não modela bem as regiões I e III, mas é capaz de descrever bem o efeito da carga média na região II. Os valores de  $C_w$ ,  $m_w$  e  $p_w$  são referentes às constantes da equação de Walker.

$$\frac{da}{dN} = C_w \Delta K^{m_w} K_{máx}^{p_w}, \quad (2.34)$$

Finalizando os modelos, o modelo proposto por Hall, descrito pela equação (2.35) não modela a região III, mas descreve a região I e o efeito da carga média. Os valores de  $C_h$ ,  $m_h$  e  $p_h$  são referentes às constantes da equação de Hall. Como foi visto, nenhum desses modelos ajusta por completo o comportamento da curva  $da/dN$  versus  $\Delta K$ .

$$\frac{da}{dN} = C_h \Delta K^{m_h} (K_{máx} - \Delta K_{th})^{p_h}. \quad (2.35)$$

#### 2.4.10 Variáveis do Ensaio de Propagação de Trincas

Em geral, o ensaio de propagação de trincas é realizado utilizando uma razão de carregamento nula,  $R = 0$ , ou com valores pequenos de R, como  $R = 0,1$ . Estudos mostram

que variações de  $R$  entre 0 e 0,2 possuem pouca influência para a maioria dos materiais dúcteis (DOWLING, 2007). Em ambientes inertes o crescimento de trinca por fadiga é uma função de  $\Delta K$  e da razão de carregamento  $R$ , porém, temperatura e ambientes agressivos podem afetar significativamente  $da/dN$  versus  $\Delta K$ . A representação de  $da/dN$  como uma função de  $\Delta K$  fornece resultados que são independentes da geometria ensaiada, o que permite comparar os dados obtidos para uma variedade de configurações de espécime e condições de carregamento. Esse atributo implica também que trincas de diferentes comprimentos submetidas a um mesmo  $\Delta K$  nominal avançarão por incrementos iguais a cada ciclo. Porém, o crescimento de trinca por fadiga não é sempre independente da geometria, já que há casos em que efeitos da espessura podem ocorrer.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentados os equipamentos, materiais, métodos, técnicas e procedimentos experimentais utilizados para execução dos ensaios. Os ensaios experimentais de fadiga e propagação de trincas foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos da Universidade de Brasília por meio da utilização das máquinas universais de tração MTS 810 e MTS 647. Os ensaios necessários para levantamento da curva S-N e  $da/dN$  versus  $\Delta K$  são padronizados pela ASTM (*American Society for Testing and Materials*). Nas seções seguintes são apresentadas as normas específicas utilizadas para o ensaio de fadiga, bem como para a obtenção da curva  $da/dN$  versus  $\Delta K$  através do ensaio de propagação de trincas.

#### 3.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS UTILIZADOS

##### 3.1.1 Aço API 5L Grau B

O aço investigado neste trabalho para confecção dos corpos de prova foi o aço API 5L GRAU B desenvolvido no Brasil e fabricado pela empresa Tubos ABC em forma de placa com dimensões 700 X 1000 X 19.5 mm.

##### 3.1.1.1 Composição química do aço API 5L Grau B

A análise da composição química do aço API 5L Grau B foi realizada no Laboratório de Análise e Ensaios de Materiais Qualyservice-Soluções em Soldagem e Ensaios Tecnológicos Ltda. Situada em São Paulo- Brasil. O resultado de sua composição química está descrito na Tabela 3.1 juntamente com as condições previstas e admissíveis pela norma API 5L de alguns elementos para esse tipo de aço. A tabela completa de composição química especificada pela norma API 5L se encontra no anexo B.

Tabela 3.1: Análise química do aço API 5L Grau B.

ANÁLISE QUÍMICA											
Composição (% peso)		C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Al
Especificação: API 5L	Min:	0,050									
	Max:	0,280		1,200	0,030	0,030					
Resultado		0,083	0,280	0,780	0,017	0,007	0,015	0,010	0,002	0,022	0,038
Composição (% peso)		Co	Ti	Nb	V	W	Pb	B	Sn	Zn	Zr
Resultado		0,009	0,001	0,003	0,001	0,033	0,099	0,001	0,001	0,002	0,002

Comparando os dados que foram apresentados na Tabela 3.1 é possível avaliar que os resultados obtidos pela análise química feita no material pelo laboratório Qualy-service estão dentro dos valores admissíveis pela Norma API 5L para esse aço.

### 3.1.2 Corpos de prova para ensaios de fadiga

Para confecção dos corpos de prova (CP's) utilizados nos ensaios de fadiga para levantamento da curva S-N foi utilizada uma chapa com dimensões 700 X 1000 X 19.5 mm, o sentido de laminação da placa foi identificado e enviada para o corte e em seguida foram retiradas placas menores com dimensões de 350 X 160 X 19 mm das quais foram fabricados os corpos de prova tipo ampulheta para os ensaios de fadiga. A Figura 3.1 apresenta a chapa inicial e o desenho projetado para corte.

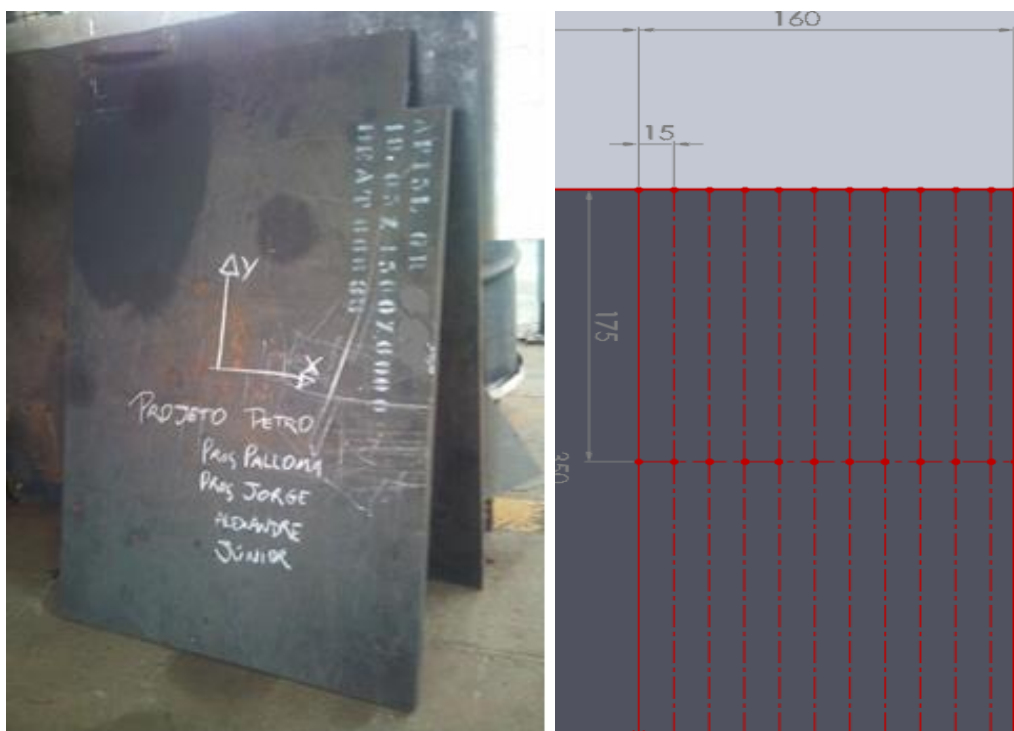


Figura 3.1: Chapa inicial (esquerda) e esquema de cortes (direita)

Os corpos de prova usados para ensaios de fadiga foram fabricados segundo a norma ASTM E 606-04, a qual especifica CP's para testes de fadiga de carregamento uniaxial com controle de deformação, sendo estes aplicáveis tanto para o levantamento da curva S-N quanto curvas  $\epsilon$ -N. deste material. Os dois tipos básicos de corpos de provas previstos por essa norma são: cilíndrico com seção de teste de perfil reto e cilíndrico com seção de

teste inteiramente definida por um raio de concordância (Tipo Ampulheta). O corpo de prova utilizado é o tipo ampulheta, este corpo de prova exige cuidados especiais na sua fabricação, visto que devido a sua geometria pode haver incertezas na análise e na interpretação dos dados. Basicamente, a maior recomendação que a norma faz sobre o projeto do CP diz respeito ao diâmetro mínimo da seção de teste. Ela recomenda que ele seja superior à 6,35mm. A garra da máquina de ensaios possui cunhas para fixação dos corpos de prova cilíndricos cujo diâmetro varia entre 10,9 a 16,7mm. A partir daí as outras dimensões devem seguir os limites apresentados na Figura 3.2.

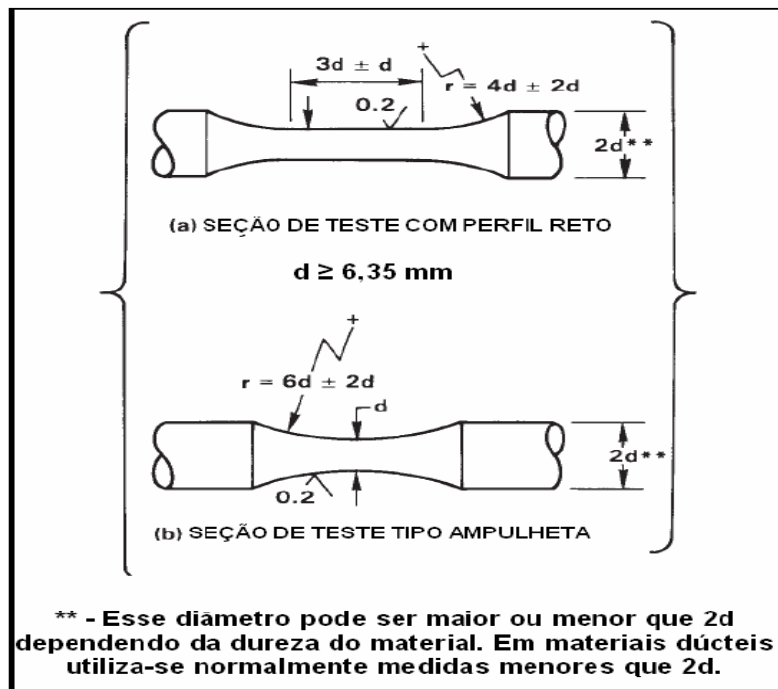


Figura 3.2: Dimensões dos CP's segundo a norma ASTM E606, 2004 (WINCK, 2011).

As especificações das dimensões dos corpos de prova tipo ampulheta usados nos ensaios de fadiga são apresentadas na Tabela 3.2, bem como, são ilustradas na Figura 3.3.

:

Tabela 3.2: Dimensões do CP Tipo Ampulheta.

Parâmetro	Valor	Limite
Diâmetro da seção de teste (dt)	7 mm	$dt > 6,35 \text{ mm}$
Comprimento	152 mm	N A
Diâmetro de agarramento (Da)	12 mm	$Da \leq 2 \cdot dt$
Comprimento da seção de teste	52 mm	N A

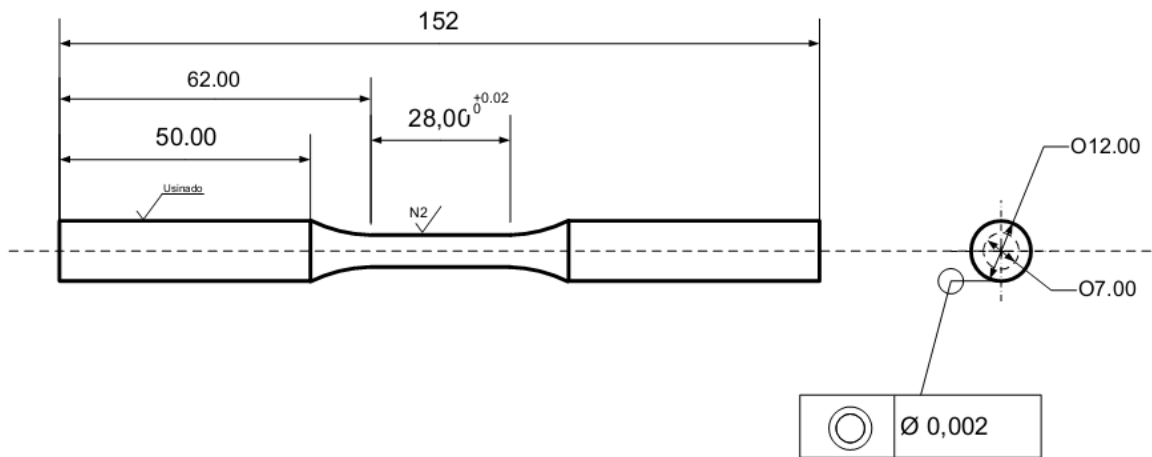


Figura 3.3: Representação do CP Cilíndrico tipo Ampulheta (mm).

Os corpos de prova, para ensaios de fadiga e fratura, foram fabricados pela empresa Equitecs em torno de controle numérico computadorizado (CNC), posteriormente foram lixados e polidos de acordo com a norma ASTM E3-95. Após confecção dos CP's os mesmos foram enviados para nitretação à plasma. Na Figura 3.4 são apresentados dois corpos de prova cilíndricos para ensaios de fadiga, um CP nitretado e outro sem tratamento.



Figura 3.4: Corpos de prova para ensaios de fadiga sem tratamento (a) e após nitretação à plasma (b).

Para a quantificação do número de corpos de prova necessários para a realização dos ensaios de fadiga utiliza-se a metodologia proposta pela Norma ASTM E-739. Esta norma determina o número mínimo de espécimes para quatro tipos de ensaios específicos e se o número de replicações foi ou não adequado aos ensaios efetuados, apresentados nas Tabelas 3.2 e 3.3. Nesse trabalho foram utilizados 16 espécimes em cada caso.

Tabela 3.3: Tamanho necessário de uma amostra (ASTM E-739, 91R2004).

Tipo de Ensaio	Número mínimo de espécimes
Preliminares e exploratórios (pesquisa e ensaios para desenvolvimento)	6 a 12
Testes de pesquisas e desenvolvimento de componentes e espécimes	6 a 12
Dados admissíveis para projeto	12 a 24
Dados de confiabilidade	12 a 24

Tabela 3.4: Replicações necessárias (ASTM E-739, 91R2004).

Tipo de Ensaio	Mínimo de replicações (%)
Preliminares e exploratórios (pesquisa e ensaios para desenvolvimento)	17 a 33
Testes de pesquisas e desenvolvimento de componentes e espécimes	33 a 50
Dados admissíveis para projeto	50 a 75
Dados de confiabilidade	75 a 88

Conforme recomendado pela norma ASTM E-739, o número mínimo necessário de espécimes para se montar uma curva S-N padrão depende do tipo de programa de ensaio desenvolvido. Dessa forma, o número de corpos de prova ensaiados é determinado pela Equação (3.1).

$$\% \text{ Replicação} = \left[ 1 - \frac{n^{\circ} \text{ de níveis de tensão}}{n^{\circ} \text{ total de corpos de prova ensaiados}} \right] \times 100\%, \quad (3.1)$$

Os resultados obtidos nos ensaios de fadiga apresentam valores dispersos, por isso é necessário realizar o tratamento estatístico dos resultados. A curva de tendência com limites de confiança, ilustrados na Figura 3.5, são realizadas de acordo com recomendação constante na norma ASTM E-739.

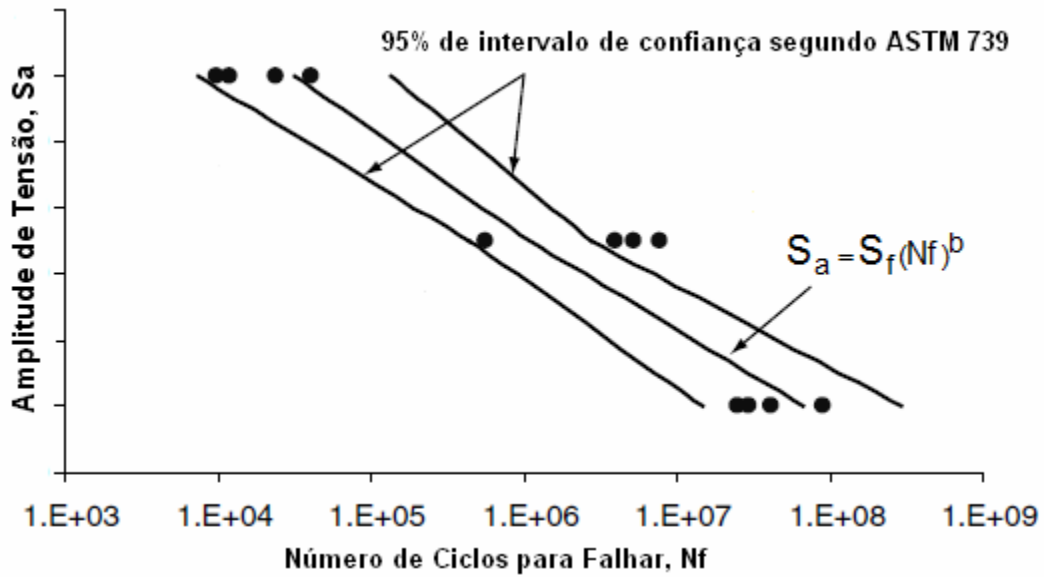


Figura 3.5: Curva S-N característica dos ensaios de fadiga (ASTM E-739, 91R2004).

### 3.1.3 Corpos de prova para os ensaios de propagação de trincas

Os corpos de prova para os ensaios de propagação de trincas foram dimensionados conforme a norma ASTM E647-11. O corpo de prova utilizado neste trabalho foi o tipo *Compact Tension Specimen* o qual será denotado como CT's. Os ensaios foram realizados nas máquinas de ensaio universal MTS 810 e 647 (Material Test System). Segundo a norma citada os corpos de prova devem possuir dimensões e tolerâncias específicas. A Figura 3.6 apresenta o projeto dos CTS com as dimensões e tolerâncias em conformidade com a norma.



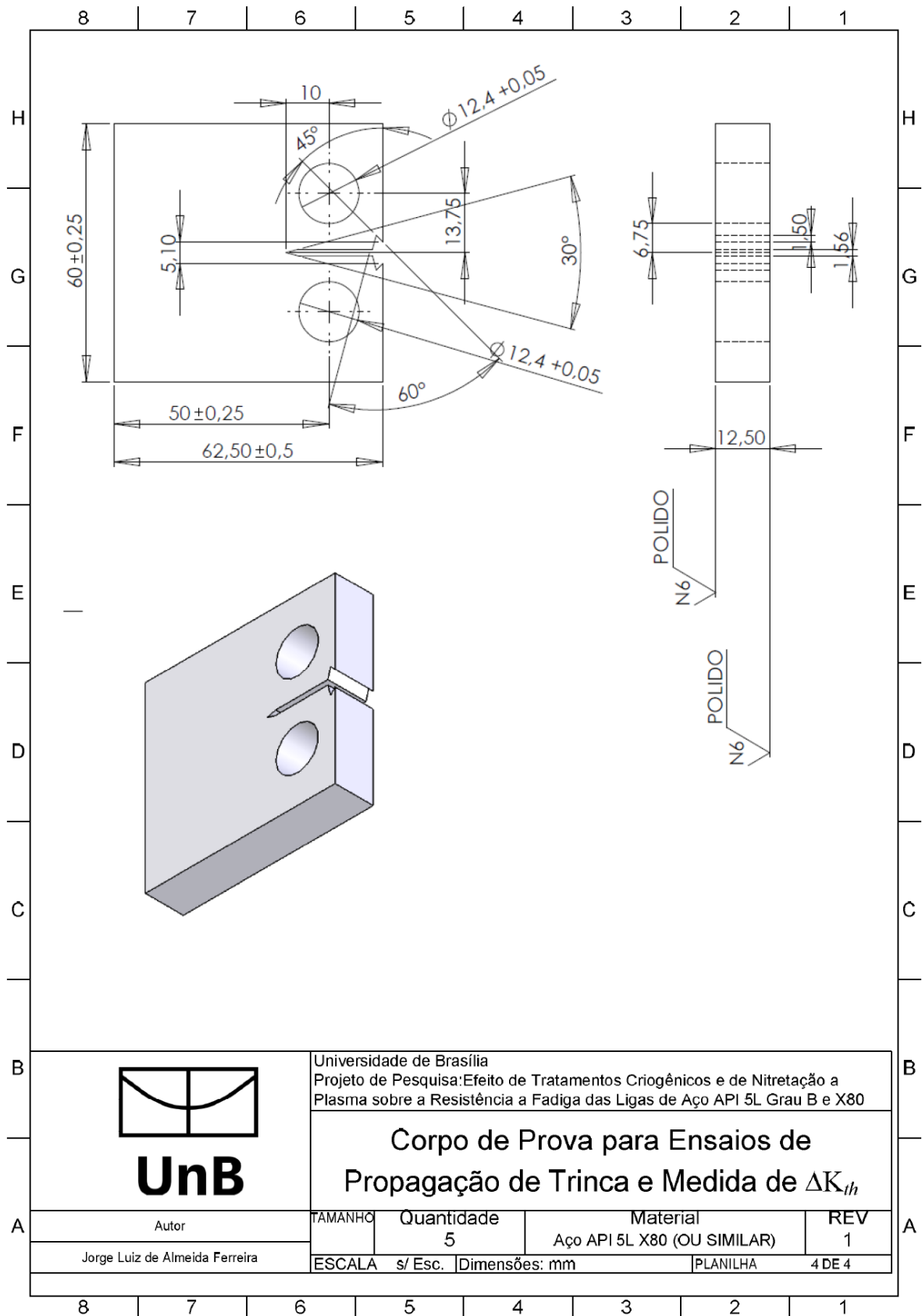


Figura 3.6: Dimensões dos corpos de prova para o ensaio de Propagação de Trincas.

### 3.1.3.1 Orientação

A tenacidade à fratura geralmente varia junto com a ductilidade e cresce substancialmente a altas temperaturas (NORTON, 2013). Aços de maior resistência tendem a ser menos dúcteis e tem menor  $K_{Ic}$  que aços de menor resistência. A tenacidade à fratura do material geralmente varia com a direção do grão (NORTON, 2013), ou seja, grãos adjacentes geralmente possuem diferentes orientações cristalográficas e um contorno de grão em comum e, durante a deformação plástica, o escorregamento ou o deslocamento de discordâncias devem ocorrer neste contorno, de um grão para outro. O contorno de grão funciona como uma barreira a estes deslocamentos (NORTON, 2013). Como os dois grãos possuem diferentes orientações cristalográficas, a discordância, ao passar do grão A para o B, precisa alterar sua direção de deslocamento, o que se torna mais difícil à medida que as desorientações aumentam (NORTON, 2013). A desordem atômica, nos contornos de grão, resulta na descontinuidade dos planos de escorregamento entre um grão e outro. Assim, um material com grãos mais finos possui maior dureza e resistência mecânica do que um material com grãos grosseiros, pois os primeiros possuem maior número de contornos de grão (NORTON, 2013). Entretanto, é comum especificar o espécime e a orientação da trinca por um par ordenado de símbolos das direções de grão representados na Figura 3.7. A primeira letra designa a direção normal em relação ao plano da trinca. A segunda letra designa a direção paralela em relação ao plano da trinca. As seis principais direções são: L-T, L-S, T-L, T-S, S-L e S-T. Neste trabalho, foram fabricados corpos de provas apenas com orientação L-T.

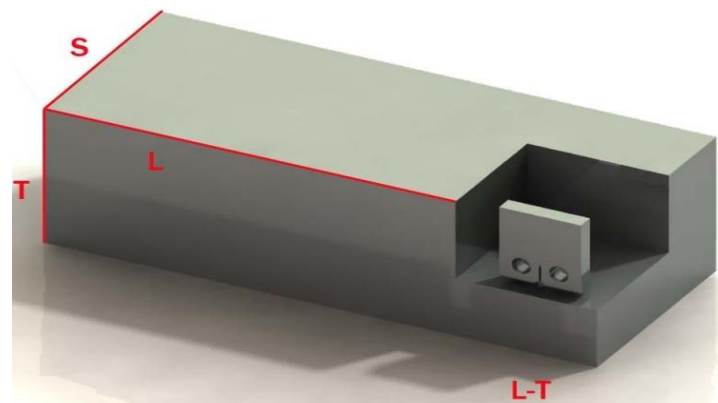


Figura 3.7: Orientação dos corpos de prova em relação ao sentido de laminação (MANDAI, 2010).

Na fabricação dos corpos de prova CT's para os ensaios de propagação de trincas foi considerado o esquema de corte apresentado na Figura 3.8, e foram consideradas

as seguintes limitações físicas e dimensionais de alguns dos equipamentos e acessórios disponíveis no laboratório de Ensaios Mecânicos da Universidade de Brasília:

- i) A garra com pino da máquina (*clevis grip*) possui espaçamento de 13,2 mm o que limita a espessura do corpo de prova;
- ii) O diâmetro dos pinos das garras é de 12,5 mm;
- iii) O extensômetro para abertura da boca da trinca possui abertura máxima de 5,0 mm.

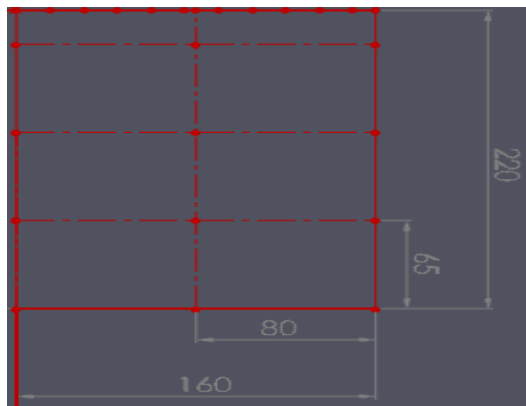


Figura 3.8: Esquema de corte para CP's de fratura.

Quatro importantes dimensões dos CT's: comprimento da trinca ( $a_n$ ), espessura ( $B$ ), a largura ( $W$ ) e o diâmetro dos furos ( $D$ ) são apresentadas na Tabela 3.5.

Tabela 3.5. Dimensões dos corpos de prova para os ensaios de propagação de trinca.

Componente	Dimensões (mm)
$W$	50
$B$	12,5
$D$	13
$a_n$	10

Na Figura 3.9 são apresentados exemplos dos corpos de prova para ensaios de propagação de trincas nitretado e sem tratamento, após usinagem.

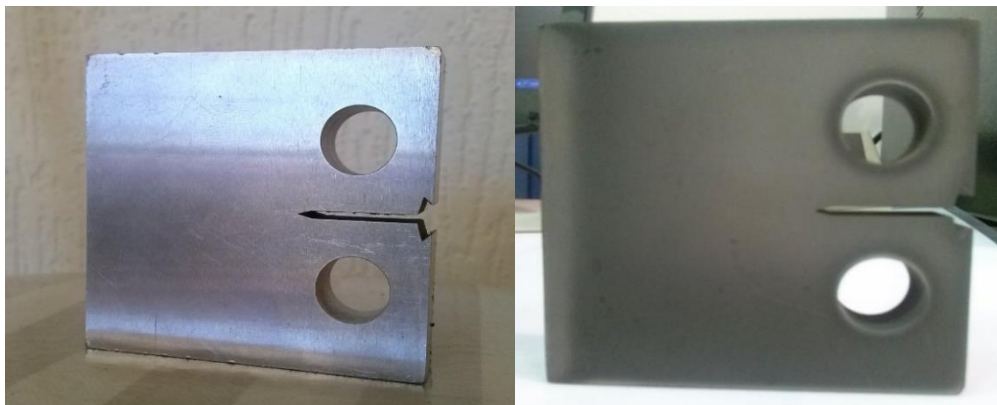


Figura 3.9: Corpos de prova para ensaios de propagação de trincas sem tratamento (esquerda) e após nitretação à plasma (à direita).

### 3.1.4 Nitretação à plasma

Na nitretação à plasma existem alguns parâmetros que influenciam na profundidade, dureza e quantidade de fases da camada nitretada. Esses parâmetros são: tempo, temperatura, pressão e mistura gasosa (NITRION, 2015). Neste trabalho, os corpos de prova foram nitretados utilizando os seguintes parâmetros. Os tempos de tratamento utilizados foram 8, 24 e 48 horas, respectivamente, a uma temperatura de 515°C nos três casos, pressão de 2,6; 2,8 e 2,9 mbar, respectivamente, com mistura gasosa de 80% vol.H<sub>2</sub> e 20% vol.N<sub>2</sub>. A escolha da mistura gasosa se deu para que se formasse menor camada branca, pois quanto maior o volume de hidrogênio menor a espessura da camada de compostos (ALVES JR., 2001).

O equipamento de nitretação a plasma utilizado é constituído por uma câmara, sistema de vácuo, unidade de distribuição de gás, fonte de alimentação (fonte de potência) e válvulas para o controle de pressão. O equipamento é apresentado na Figura 3.10.



Figura 3.10: Equipamento de nitretação à plasma (NITRION, 2015).

O sistema da Figura 3.10 pertence à empresa Nitron do Brasil. As capacidades dos recipientes (reatores), segundo a empresa, são as seguintes: Dois recipientes (Fornos): Diâmetro de 1.100mm e altura de 1.840 mm; com extensor para altura até 3.340 mm; Dois recipientes (Fornos): Diâmetro de 1.900 mm e altura de 1.840 mm; dois Recipientes (Fornos): Diâmetro de 700 mm e altura de 1.840 mm com extensor para 5.000 mm de altura. Capacidade Total: 80 Ton/mês.

Em geral, o sistema possui duas flanges situadas na região superior e inferior, respectivamente, sendo que a superior é móvel. A flange superior e as paredes laterais são ligadas ao terminal positivo da fonte de tensão, constituindo assim o ânodo. O porta amostras

é ligado ao terminal negativo da fonte de alimentação, constituindo o cátodo, que possui a forma de um disco de 100 mm de diâmetro e 6 mm de espessura apoiado sobre um suporte que possui uma blindagem elétrica, permitindo maior eficiência no processo de tratamento. A flange inferior é eletricamente isolada, possuindo 6 orifícios onde são feitas as conexões de instrumentação de temperatura, vácuo, entrada de gás, controle de vácuo, leitura da pressão e haste de sustentação de porta amostras. O sistema de vácuo deve ser capaz de atingir uma pressão de  $10^{-2}$  mbar e possuir válvulas para o controle de entrada da mistura dos gases e da pressão interna da câmara, durante o tratamento. A fonte de potência consiste de um sistema de retificação que recebe a tensão alternada de 220 V da rede elétrica. Possui uma tensão máxima de saída de 850 V, com uma potência de 5 KVA, podendo operar em corrente contínua ou alternada. Para a tensão alternada pode-se variar a frequência de 1 a 150 kHz. Para o monitoramento de todas as variáveis do processo, existe um sistema de captura e controle de dados. O valor de tensão elétrica aplicada, corrente elétrica da descarga, ciclo de trabalho, frequência, temperatura das amostras e pressão dentro da câmara são registradas em painéis digitais.

### 3.1.5 Caracterização microestrutural

Para que pudesse ser feita caracterização microestrutural, segundo a norma ASTM E3-11, corpos de provas foram cortados de modo a se obter uma seção transversal da camada em cada caso: sem tratamento e com tratamento por nitretação à plasma, nesse caso um Cp para cada tipo nitretado por 8, 24 e 48 horas. Na Figura 3.11 são apresentados dois corpos de prova cortados para embutimento um sem tratamento e outro CP após realização da nitretação à plasma.



Figura 3.11. Corte de amostras para embutimento e micrografias sem tratamento (a) amostras nitretadas (b).

Algumas amostras foram embutidas em resina à frio enquanto outras amostras não foram embutidas para serem utilizadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV), foi iniciada sequência de lixamento, partindo da lixa mais grossa, em lixas n°: 220, 400, 600, 800, 1000 e 1200, em seguida foi feito polimento com pasta de diamante de 3µm e, finalmente, para revelar a microestrutura e os constituintes de aço com baixo teor de carbono, foi realizado ataque químico com nital 2% cuja composição é de 2ml de ácido nítrico  $HNO_3$  (2%) e 98ml de álcool etílico (98%) (BAPTÍSTA, 2013), as peças foram mergulhadas em nital 2% de 10 a 20 segundos. Foi utilizado o microscópio ótico “OLYMPUS BX51” para análise preliminar das amostras, em seguida outras imagens e análises foram feitas em microscópio confocal Olympus 3d a laser modelo LEXT OLS 4100 e no MEV equipamento JEOL JSM 7100F. Todos microscópios utilizados pertencem ao Departamento de Engenharia Mecânica da UnB. A Figura 3.12 e Figura 3.13 ilustram os equipamentos MEV e confocal utilizados, respectivamente.



Figura 3.12. Microscópio eletrônico de varredura (MEV).



Figura 3.13. Microscópio confocal.

### 3.1.6 Análise de microdureza

Foi realizado ensaio de microdureza vickers com o objetivo de se levantar a curva microdureza vickers em função da profundidade, assim ter condições de comparar a microdureza do aço API 5L Grau B sem tratamento à microdureza do aço nitretado à plasma e com isso verificar a influência da nitretação à plasma sobre a dureza do material. Para isso, o equipamento utilizado foi o microdurômetro Future Tech modelo FM-700 localizado no Laboratório de caracterização de materiais da Universidade de Brasília- Campus Gama. As amostras foram retiradas de corpos de prova do tipo ampulheta utilizados nos ensaios de fadiga que foram cortados e apresentados anteriormente na Figura 3.11. O procedimento adotado foi o mesmo tanto para Cp sem tratamento como para os Cp's tratados por nitretação à plasma nos três casos 8 horas, 24 horas e 48 horas. Inicialmente, as amostras foram retiradas da área de teste dos CP's, embutidas a frio, lixadas em lixas n°: 220, 400, 600, 800, 1000 e 1200, em seguida foi feito polimento com pasta de diamante de 3 $\mu$ m. Após preparação das amostras foram realizadas as impressões ou indentações no microdurômetro partindo de uma extremidade em direção ao centro da amostra de 10 em 10 micrômetros até 100 micrômetros em seguida de 20 em 20 micrômetros até 300 micrômetros e por fim de 50 em 50 micrômetros até 1000 micrômetros. A carga aplicada foi de 0,3 kgf durante 10 segundos utilizando um penetrador de diamante em formato piramidal com ângulo de face de 136°. A Figura 3.14 ilustra o microdurômetro utilizado para levantamento dos dados.



Figura 3.14. Microdurômetro Future Tech modelo FM-700

### 3.1.7 Ensaios de fadiga

Foram realizados ensaios de fadiga tração-compressão, com razão de carregamento  $R=-1$ , tensão média  $\sigma_m=0$ , com frequência de 10 a 15 Hz para o aço sem tratamento e frequência de 3 Hz para o aço nitretado, pois no aço nitretado foi verificado por meio de câmara termográfica que a temperatura estava aumentando com frequências acima de 3 Hz, esse aumento oscilava de 4 a 6 °C, para cada Hertz de aumento. Esse aumento de temperatura se justifica pelo aumento de atrito dos nitretos com a superfície durante os ensaios. Os ensaios foram realizados de acordo com a norma ASTM E739, esses ensaios tiveram por objetivo o levantamento de dados para construção das curvas S-N. Para esse tipo de ensaio exige-se o uso mínimo de 12 corpos de prova com um percentual de replicação dos testes entre 50 e 75 %. Assim, com base nessas informações, para um levantamento preliminar da curva foram usadas 4 amplitudes de tensão diferentes, em cada uma dessas amplitudes foram ensaiados inicialmente 4 corpos de prova.

A curva S-N foi obtida considerando o ensaio até a ruptura, quando possível, ou até que se atingisse dez milhões de ciclos, sendo interrompido em seguida. Foram utilizados 16 corpos de prova sob solicitações cíclicas, em cada caso, para CP's sem tratamento e para os nitretados de 8 horas, 24 horas e 48 horas repetindo o processo para diferentes



intensidades de carregamento. Para os corpos de prova que receberam tratamento por nitretação a plasma durante 8 horas foi adotada a mesma metodologia, ou seja, o método S-N ou de Wöhler para o levantamento da curva S-N, porém foram realizadas mudanças nas tensões iniciais, pois ensaiando com as mesmas tensões iniciais do aço sem tratamento os Cp's estavam apresentando vidas infinitas, ou seja, os Cp's não rompiam, apresentando mais de 10 milhões de ciclos. Dessa forma a carga foi sendo aumentada na faixa de 0,5 kN, com aumento nas cargas os níveis de tensões foram alterados. Neste caso foram utilizados 16 corpos de prova, variando-se os níveis de tensão. Os *run out* passaram a ser considerados acima de 3 milhões de ciclos.

Foram utilizados 16 corpos de prova que receberam tratamento por nitretação à plasma durante 24 horas variando-se os níveis de tensão, a carga aplicada foi sendo modificada até 10,5 kN, pois ensaiando para uma carga de 9,5 kN, nível de tensão na faixa de 253 MPa os corpos de prova não romperam, com isso os níveis de tensão ficaram acima dos níveis utilizados nos ensaios para o aço sem tratamento e o aço nitretado durante 8 horas. No caso dos Cps que receberam nitretação à plasma durante 48 horas os níveis de tensão também foram modificados, a fim de se evitar *run out*. Os cálculos efetuados para levantamentos dos parâmetros de fadiga estão previstos na norma E739, foi utilizando o método dos mínimos quadrados previsto no item 8 dessa norma.

A tensão a partir da qual a vida é determinada como infinita é definida como limite de fadiga, e a tensão em que ocorreu falha por fadiga para vida finita denomina-se de resistência à fadiga. A tensão pôde ser calculada em função da carga aplicada e do diâmetro do corpo de prova na sua menor seção transversal. Na Tabela 3.6 são apresentados os níveis de tensões usados nos ensaios. Os níveis de tensão foram escolhidos de acordo com o limite de escoamento do material (241 MPa), sendo que se realizou o primeiro teste próximo a este valor. Os valores do limite de escoamento e do limite de resistência à tração foram obtidos em ensaios de tração realizados em corpo de prova sem tratamento. Diante desses dados obtidos foram determinados os valores das amplitudes de tensões utilizadas nos ensaios.

Tabela 3.6: Níveis de tensão para os ensaios.

R	Níveis de Tensão (MPa)			
	1°	2°	3°	4°
-1	187,7	192,9	200,1	218,2

### 3.1.8 Equipamentos utilizados nos ensaios de fadiga

Os equipamentos utilizados para realização dos ensaios de fadiga e propagação de trincas foram as máquinas de ensaio universal MTS 810 e MTS 647 pertencentes ao departamento de engenharia mecânica da Universidade de Brasília, ambas com capacidade de carga de até 250 kN e rigidez de 0.43 GN/m. Seu funcionamento é controlado por um computador central ligado a uma bomba que faz com que um atuador hidráulico possa desempenhar a força necessária a ser utilizada nos ensaios.

### 3.1.9 Ensaio de propagação de trincas por fadiga

Os ensaios de propagação de trincas foram realizados de acordo com a norma ASTM E647. A partir desse ensaio é possível obter parâmetros importantes tais como: O valor limiar do fator de intensidade de tensões, delta  $K$  threshold ( $\Delta K_{th}$ ) e a curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  para o material em questão. O crescimento da trinca ocorre por meio de carregamento cíclico, onde os valores de  $K_{min}$ ,  $K_{máx}$  e comprimento da trinca são monitorados durante o ensaio. A norma ASTM E 647 requer que o comportamento dos corpos de prova seja predominantemente elástico durante o teste. Antes do teste inicial os corpos de prova devem ser submetidos a uma pré-trinca por fadiga, onde o  $K_{máx}$  final durante a pré-trinca não deve ser superior ao  $K_{máx}$  utilizado no ensaio em si, no intuito de evitar o efeito de retardo no crescimento da trinca devido à zona plástica gerada. Pela norma ASTM E 647 o tamanho da pré-trinca por fadiga para o ensaio de propagação de trinca deve ter um valor mínimo, que não deve ser menor que 10% da espessura ou  $h$ , ou 1 mm, o que for maior, (ASTM E647, 2011), nos ensaios foi utilizado 1mm.

O ensaio de propagação de trincas em sua essência é um ensaio de fadiga, pois, basicamente, consiste em aplicar um carregamento cíclico no corpo de prova. A norma ASTM E 647 descreve duas maneiras para conduzir esse ensaio:

- I. Teste de Amplitude de Carregamento Constante onde  $K$  é crescente: esse é um teste adequado para taxas de crescimento de trinca superiores a  $10^{-5}$  mm/ciclo, mas pode ser de difícil aplicação a taxas de crescimento menores que  $10^{-6}$  mm/ciclo devido a considerações de pré-trinca por fadiga.
- II. Teste com  $K$  decrescente: nesse caso a amplitude de carregamento decresce durante o teste para alcançar um gradiente de  $K$  negativo. Esse tipo de teste é utilizado quando se quer obter o valor de  $\Delta K_{th}$ , onde é definido um valor de  $K_{máx}$  e a partir dele o  $\Delta K$  vai

diminuindo até o valor desejado. A determinação do  $\Delta K_{th}$  é feita utilizando uma regressão linear do logaritmo de  $da/dN$  versus o logaritmo de  $\Delta K$  usando no mínimo cinco pontos entre  $10^{-6}$  e  $10^{-7}$  mm/ciclo igualmente espaçados.

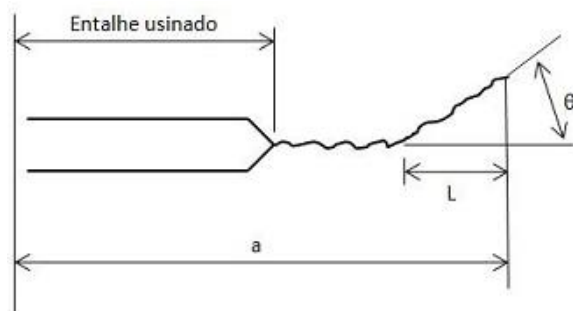
Para um efetivo controle de  $\Delta K$  ao longo do ensaio para determinação de  $\Delta K_{th}$ , é necessário o gradiente  $K$  normalizado para monitorar o comportamento da trinca enquanto o  $K$  varia, onde o gradiente  $K$  é a variação fracionária do  $K$  com o aumento do tamanho da trinca. Esse gradiente é dado pela equação (3.2):

$$G = \frac{1}{K} \frac{dK}{da} = \frac{1}{K_{max}} \frac{dK_{máx}}{da} = \frac{1}{K_{mín}} \frac{dK_{mín}}{da} = \frac{1}{\Delta K} \frac{d\Delta K}{da}, \quad (3.2)$$

O monitoramento do valor de  $G$  é importante para o teste de  $K$  decrescente, pois ciclos prévios resultam em zonas plásticas maiores, o que pode causar retardo da trinca. O retardo da trinca não é um problema significativo para o teste de  $K$  crescente, já que o tamanho da zona plástica em um dado ciclo é menor do que no ciclo anterior. O valor algébrico de  $G$  deve ser maior que  $-0,08 \text{ mm}^{-1}$  no teste de  $K$  decrescente, como recomendação da norma ASTM E 647, o valor do  $G$  utilizado para os ensaios foi  $-0,07874 \text{ mm}^{-1}$ . No teste de  $K$  decrescente o carregamento deve diminuir até que a taxa de crescimento de trinca desejada seja alcançada, lembrando que a coleta de dados de  $da/dN$  abaixo de  $10^{-7}$  mm/ciclo não é proveitosa, pois a taxa de crescimento é considerada desprezível (ASTM E647, 2011).

### 3.1.10 Critérios para validação dos ensaios

Durante o ensaio é importante que seja feito um acompanhamento da tendência de crescimento da trinca. A trinca deve ser simétrica em ambas as faces do espécime e não deve possuir uma inclinação excessiva. Interrupções no carregamento cíclico podem ser feitas para medir visualmente o tamanho da trinca, porém, deve-se tomar cuidado para evitar que defeitos externos sejam introduzidos na trinca. O tempo de intervalo deve ser curto (não maior do que 10 minutos), caso contrário pode haver o depósito de um filme de óxido na superfície da trinca (ASTM E647, 2011). Devem ser realizadas medidas da face traseira e frontal, onde os tamanhos das faces da trinca não devem diferir mais do que  $0,25B$  na operação de pré-trinca. Caso a trinca desvie mais do que  $\pm 20^\circ$  do plano de simetria a uma distância de  $0,1W$  ou maior, o ensaio é considerado inválido de acordo com a norma ASTM E 647, conforme ilustra a Figura 3.15.



Válido se  $\theta \leq 10^\circ$   
 Reportar se  $10^\circ < \theta \leq 20^\circ$   
 Inválido se  $\theta \geq 20^\circ$  para  $L \geq 0.1W$

Figura 3.15: Limites para inclinação do plano da trinca (ASTM E 647, 2011).

### 3.1.11 Curva $da/dN$ versus $\Delta K$

A relação de  $da/dN$  versus  $\Delta K$  pode ser considerada de fundamental importância para caracterizar um material. Uma vez feito o levantamento dessa relação é possível prever o comportamento do crescimento da trinca a um determinado número de ciclos, ou seja, a vida em fadiga. Para obtenção experimental de  $\Delta K_{th}$  e obtenção da curva  $da/dN$  foi utilizado o teste de  $K$  decrescente para condução dos ensaios de  $\Delta K_{th}$ , com razão de carregamento  $R=0,1$ , carga inicial de  $15\text{MPa}\sqrt{m}$ , gradiente normalizado  $G = -0,07874\text{mm}^{-1}$  e frequência de  $20\text{ Hz}$ . Esse é um ensaio que leva um tempo considerável, pois parte dele acontece a taxas de crescimento de trinca muito pequenas (da ordem de  $10^{-7}\text{ mm/ciclo}$ ). Ao todo, para a realização desse ensaio, leva-se algo em torno de 10 milhões de ciclos. A norma ASTM E647 afirma que o valor de  $\Delta K_{th}$  deve ser estimado a partir de uma regressão linear da curva  $da/dN$  versus  $\Delta K$ , utilizando no mínimo cinco pontos igualmente espaçados entre as taxas de crescimento de  $10^{-6}$  e  $10^{-7}\text{ mm/ciclo}$ . Os resultados obtidos nos ensaios de  $\Delta K_{th}$  foram fornecidos diretamente a partir de dados coletados pelo *software* da MTS, sendo que não foi necessário fazer essa regressão linear como determina a norma.

Foram realizados quatro ensaios para obtenção das curvas  $da/dN$ , um em cada caso, sendo um para o aço sem tratamento e um para cada aço nitretado com 8, 24 e 48 horas. O ensaio experimental de propagação de trinca é realizado com utilização do *software Fatigue Crack Growth* instalado na MTS, que atende as condições necessárias para ensaio de acordo com a norma ASTM E647. Para obtenção da curva na região II foi utilizado o teste de amplitude de força constante seguindo item 8.5 da norma ASTM E647 e a carga aplicada para condução dos ensaios foi configurada seguindo o anexo A1.5 da norma ASTM E647.

### 3.1.12 Leitura do tamanho da trinca

Dentre as diversas técnicas sugeridas para efetuar a leitura do tamanho da trinca, uma das mais utilizadas é a da flexibilidade. Esta técnica faz uso de um *clip gage* para obter a leitura de deslocamento de abertura na ponta da trinca (COD), e a partir deste dado estimar o comprimento da trinca. A montagem experimental do *clip gage* pode ser visualizada na Figura 3.16 .



Figura 3.16: *Clip Gage*

O tamanho da trinca é calculado pelo método da flexibilidade elástica através da equação (3.3).

$$\frac{a}{W} = (C_0 + C_1 \cdot u_x + C_2 \cdot u_x^2 + C_3 \cdot u_x^3 + C_4 \cdot u_x^4 + C_5 \cdot u_x^5), \quad (3.3)$$

onde os valores das constantes  $C_i$  foram calculados por Saxena (1977), e são os mesmos que podem ser encontrados na norma (ASTM E647, 2011) apresentados na Tabela 3.7. Estes valores são obtidos através da análise de regressão e mudam de acordo com a posição do *clip gage* ao longo do plano de propagação da trinca. A posição do *clip gage* utilizada nos ensaios foi  $V_0$ .

Tabela 3.7. Valores das constantes  $C_i$  de acordo com as posições do *clip gage*.

Posições do <i>clip gage</i>	X/W	$C_0$	$C_1$	$C_2$	$C_3$	$C_4$	$C_5$
$V_{X1}$	-0.345	1.0012	-4.9165	23.057	-323.91	1798.3	-3513.2
$V_0$	-0.250	1.0010	-4.6695	18.460	-236.82	1214.9	-2143.6
$V_1$	-0.1576	1.0008	-4.4473	15.400	-180.55	870.92	-1411.3
$V_{LL}$	0	1.0002	-4.0632	11.242	-106.04	464.33	-650.68

A norma E647 prevê as posições  $V_{X1}$ ,  $V_0$ ,  $V_1$  e  $V_{LL}$  ilustradas na Figura 3.17. O valor ótimo para o parâmetro  $u_x$ , uma variação da flexibilidade elástica do material, foi sugerido por Donald (1980) e pode ser calculado pela equação (3.4):

$$u_x = \left[ \left( \frac{EvB}{P} \right)^{\frac{1}{2}} + 1 \right]^{-1}, \quad (3.4)$$

onde  $v$  é a diferença entre os valores máximo e mínimo de abertura da boca da trinca em um mesmo ciclo.

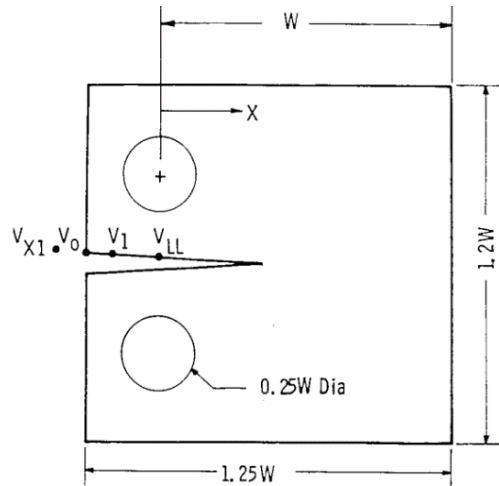


Figura 3.17: Posições de encaixe do *clip gage* (ASTM E647, 2011).

### 3.1.13 Determinação das fases do diagrama Fe-C por difratometria de raio X

Para determinação das fases do diagrama Fe-N foi utilizado o equipamento de difratometria de raios-X pertencente ao Departamento de Geologia da Universidade de Brasília (UnB) da marca Rigaku modelo Última IV operando com o alvo de cobre e monocromador colocado na frente do detector da linha de radiação  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$ ), a 35 kV de tensão de aceleração e 15 mA de corrente de filamento. Para obtenção dos difratogramas utilizou-se como parâmetros de operação um intervalo angular de  $2^\circ \leq 2\theta \leq 120^\circ$  e velocidade de varredura angular de  $5^\circ/\text{minuto}$ . As ordenadas dos espectros referem-se a contagem por segundo (CPS) e representam uma intensidade relativa.

### 3.1.14 Determinação de tensões residuais

Para determinação das tensões residuais foi utilizado um difratômetro Shimadzu XRD-700 pertencente ao departamento de engenharia mecânica da Universidade de Brasília com radiação de  $\text{CrK}\alpha$  ( $\lambda = 2,2897 \text{ \AA}$ ), a 30 KV de tensão de aceleração e 30 mA de corrente de filamento. Utilizou-se a técnica de avaliação de tensão residual conhecida como método do seno ao quadrado de psi (PREVÉY, 1986). Com este método, a tensão é medida a partir da deformação da rede cristalina. Foram utilizados ângulos psi de  $0^\circ$ ,  $15^\circ$ ,  $30^\circ$  e  $45^\circ$  com plano de difração da matriz de Fe- $\alpha$   $\{211\}$  com realização de varredura do ângulo 2 tetas de  $150^\circ$  a  $160^\circ$ , contínua a  $2^\circ/\text{min}$ .

## 4 RESULTADOS

Este capítulo apresenta os resultados obtidos nos ensaios de fadiga, microdureza, propagação de trincas e limiar de propagação, tensões residuais, bem como, micrografias e resultados de análise de fases realizados com os aços sem tratamento e nitretado a plasma. Serão feitas comparações entre os resultados e desempenho obtidos entre eles.

### 4.1 PROPRIEDADES MECÂNICAS

As propriedades mecânicas analisadas em laboratório, através de ensaios de tração, bem como as condições previstas e valores mínimos admissíveis pela norma API 5L estão descritos na Tabela 4.1.

Tabela 4.1: Propriedades mecânicas do aço API5 L grau B (API, 2012)

Propriedades Mecânicas Básicas	Lote do Material Analisado	Valores Mínimos Admissíveis pela Norma API 5L
Tensão de Escoamento, $S_y$ [MPa]	249	241
Resistência à Tração, $S_{rt}$ [MPa]	424	414
Módulo de Elasticidade [GPa]	207	207
Coefficiente de Poisson	0,3	0,3

Analisando os dados descritos na Tabela 4.1 é possível avaliar que os resultados, obtidos pelo ensaio de tração realizados no material em laboratório, estão dentro da faixa de valores admissíveis pela norma API 5L.

### 4.2 MICROESTRUTURA DO AÇO API 5 L GRAU B COMO RECEBIDO

Na sequência a partir da Figura 4.1 à Figura 4.4 é apresentada imagens da microestrutura do aço API 5L GRAU B realizadas em microscópio confocal e microscópio eletrônico de varredura MEV, no estado como recebido, ou seja, sem tratamento em três ampliações diferentes. Tais figuras apresentam características deste aço, contendo mesma orientação cristalográfica, formando blocos no interior de grãos que se mantém no material após o resfriamento. Essas características são em virtude do processo de laminação em aços da família API.

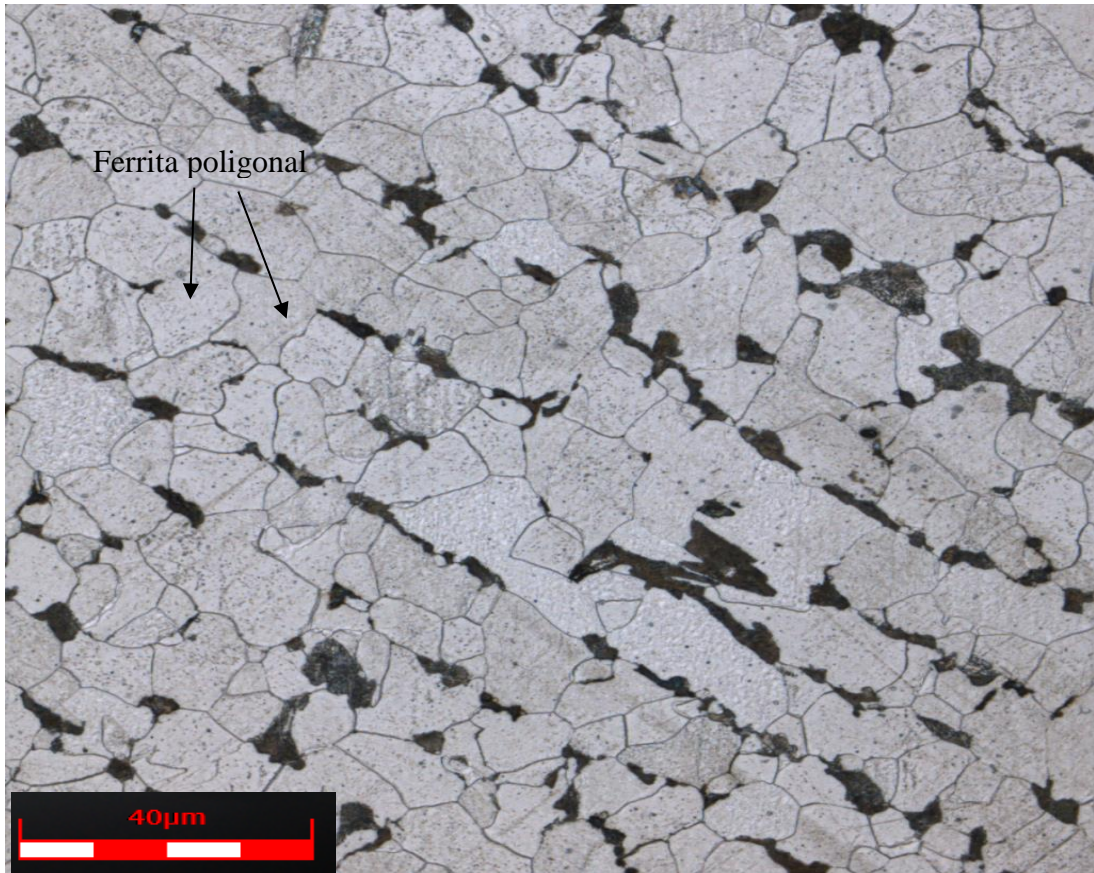


Figura 4.1: Imagem da Microestrutura do aço API 5L Grau B sem tratamento. Ataque nital 2%. Realizada em confocal.

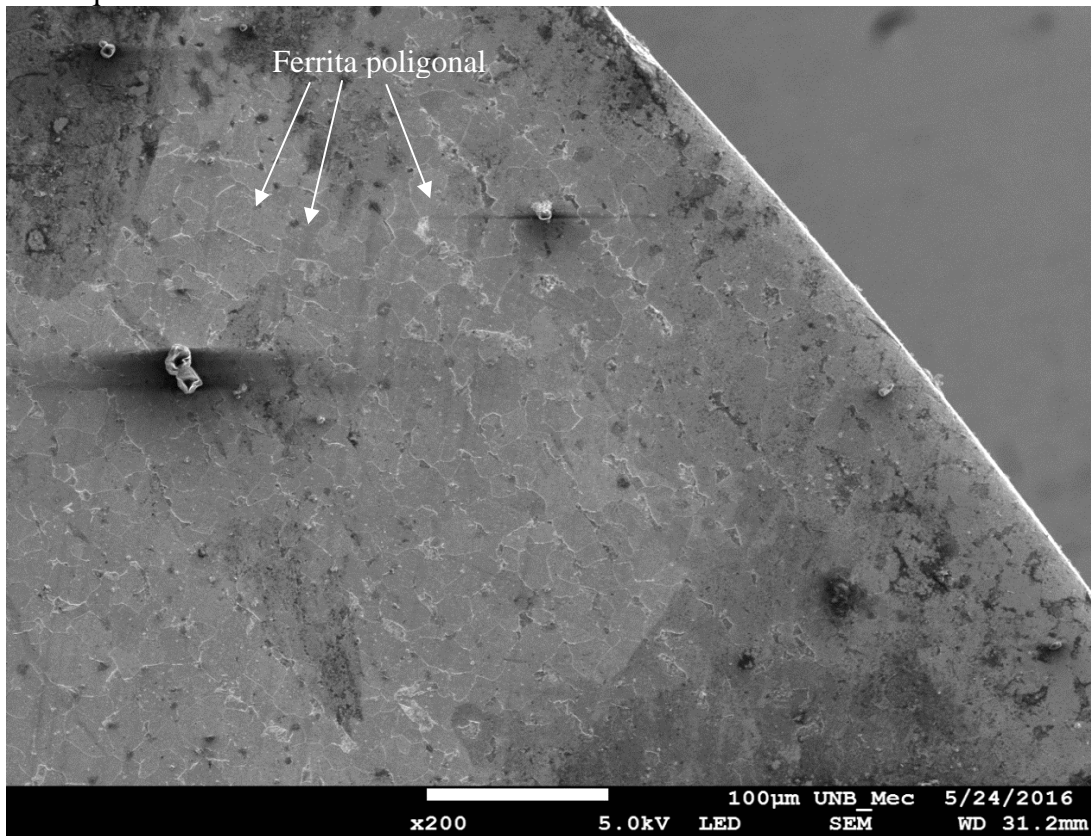


Figura 4.2: Microestrutura do aço API 5L Grau B sem tratamento. Ataque nital 2%.



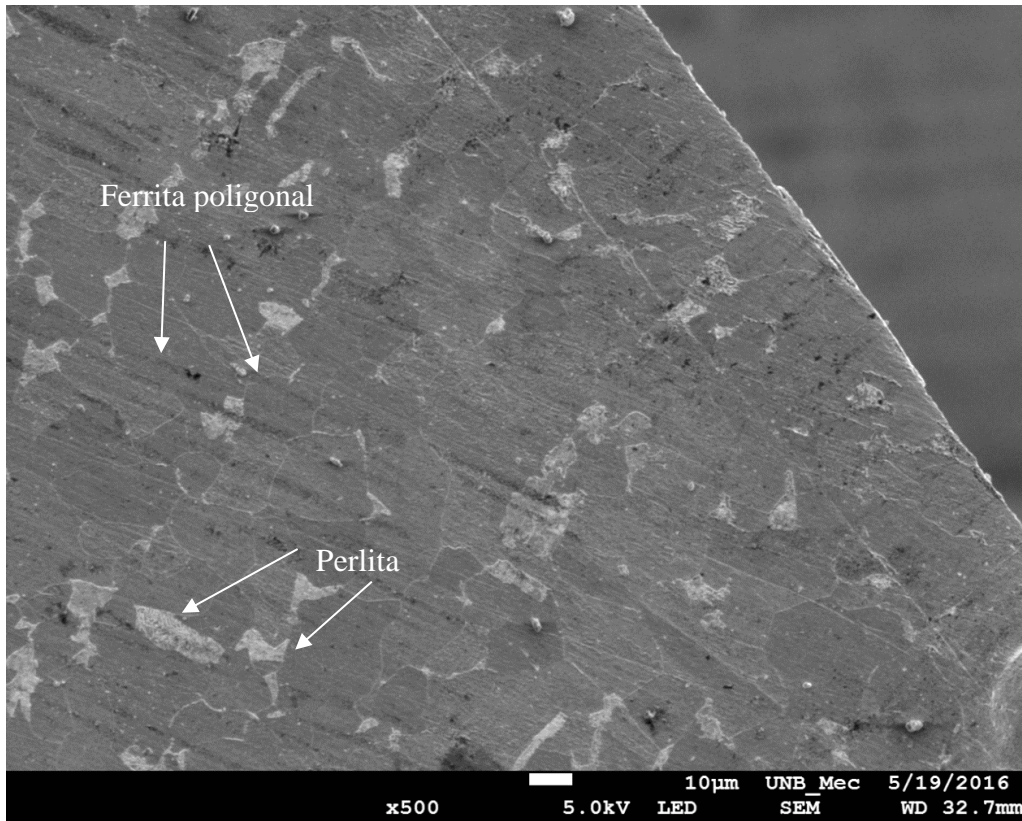


Figura 4.3: Microestrutura do aço API 5L Grau B sem tratamento. Ataque nital 2%.

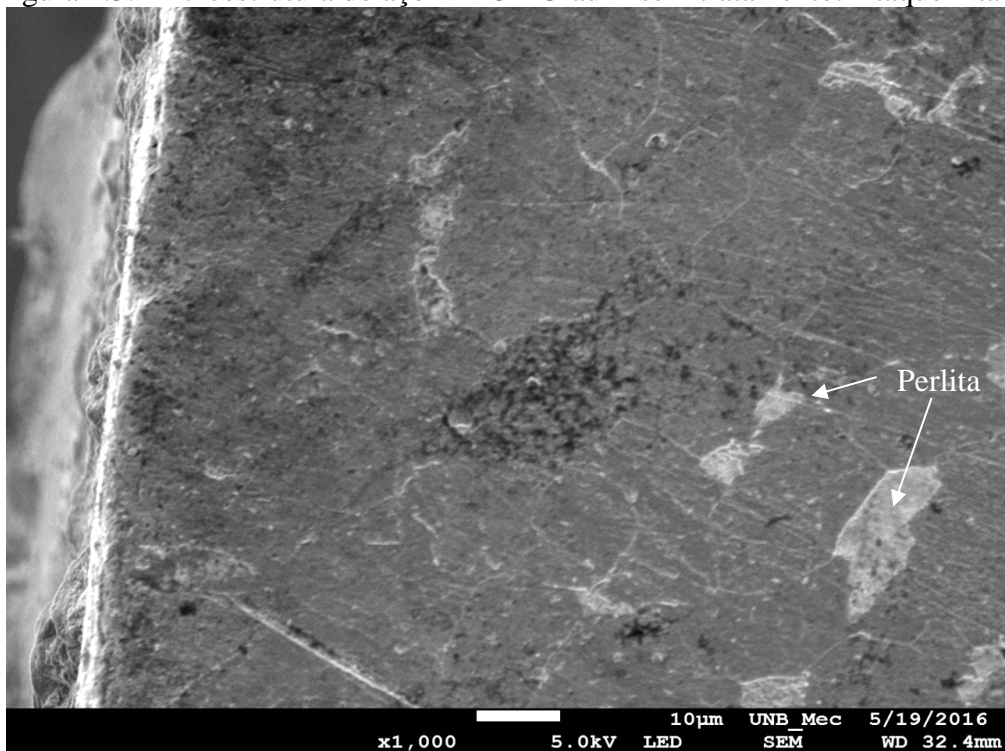


Figura 4.4: Microestrutura do aço API 5L Grau B sem tratamento. Ataque nital 2%.

De acordo com as análises microestruturais apresentadas na sequência de figuras 4.1 a 4.4, referentes ao aço API 5L grau B sem tratamento, observa-se nessas a presença predominante da estrutura de matriz ferrítica com lamelas de perlita dispersas, partes mais escuras na imagem obtida no confocal, parte dessas lamelas são produzidas durante o processo de laminação controlada. Na Figura 4.3 é possível observar os grãos de ferrita poligonais típicos de aços com baixo teor de carbono. Na literatura outros resultados similares em aço da família API 5L também foram encontrados (FILHO, SCARDUA, *et al.*, 2015).

### 4.3 MICROESTRUTURA DO AÇO API 5L GRAU B NITRETADO À PLASMA.

A Tabela 4.2 apresenta as medidas da camada de compostos, da zona de difusão e o tamanho de grão em cada caso e na sequência da Figura 4.5 à Figura 4.20 são apresentadas microestruturas das camadas do aço nitretado com os tempos de tratamento utilizados de 8, 24 e 48 horas, a uma temperatura de 515°C nos três casos, com pressão de 2,6; 2,8 e 2,9 mbar, respectivamente, com mistura gasosa de 80% vol.H<sub>2</sub> e 20% vol. N<sub>2</sub>. Para cada tipo de nitretação foram apresentadas imagens realizadas em MEV, atacadas com nital 2% em três ampliações diferentes, assim como foi apresentado para o aço sem tratamento. As imagens com as medidas da camada branca e da camada de difusão, bem como, a tabela com os cálculos da média e desvio padrão, em cada caso, se encontram no apêndice A, foram realizadas as médias aritméticas de doze medidas.

Tabela 4.2: Medidas das camadas nitretadas e tamanho de grão.

	Medidas da camada nitretada			
	Sem Tratamento	Nitretado 8 horas	Nitretado 24 horas	Nitretado 48 horas
Camada de compostos( $\mu m$ )	-----	5,57+-0,27	4,22+-0,39	5,11+-0,21
Camada de difusão( $\mu m$ )	-----	324,67+-7,71	438,75+-14,77	529,67+-10,28
Tamanho de grão( $\mu m$ )	14,43+-0,24	10,32+-0,37	9,61+_0,53	9,44+-0,23

#### 4.3.1 Microestrutura do aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas.

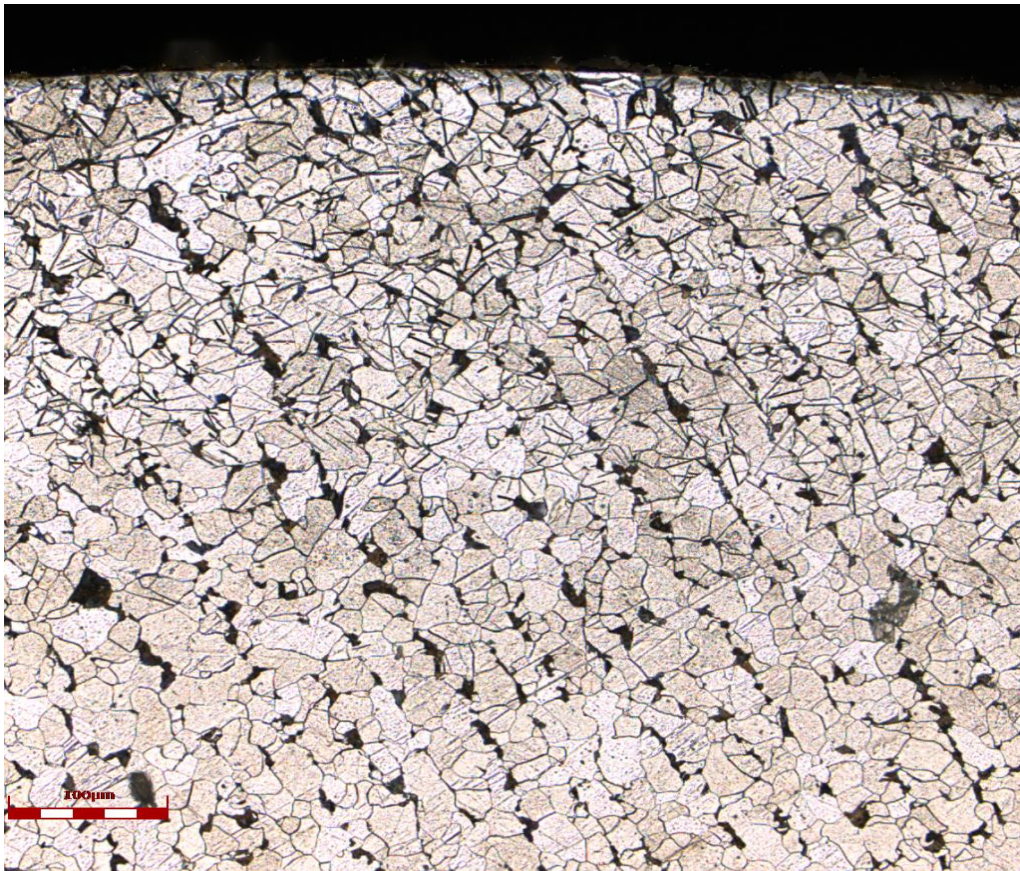


Figura 4.5: Imagem da Microestrutura do aço nitretado por 8 horas. 100 $\mu$ m. Ataque nital 2%. Realizada em confocal.

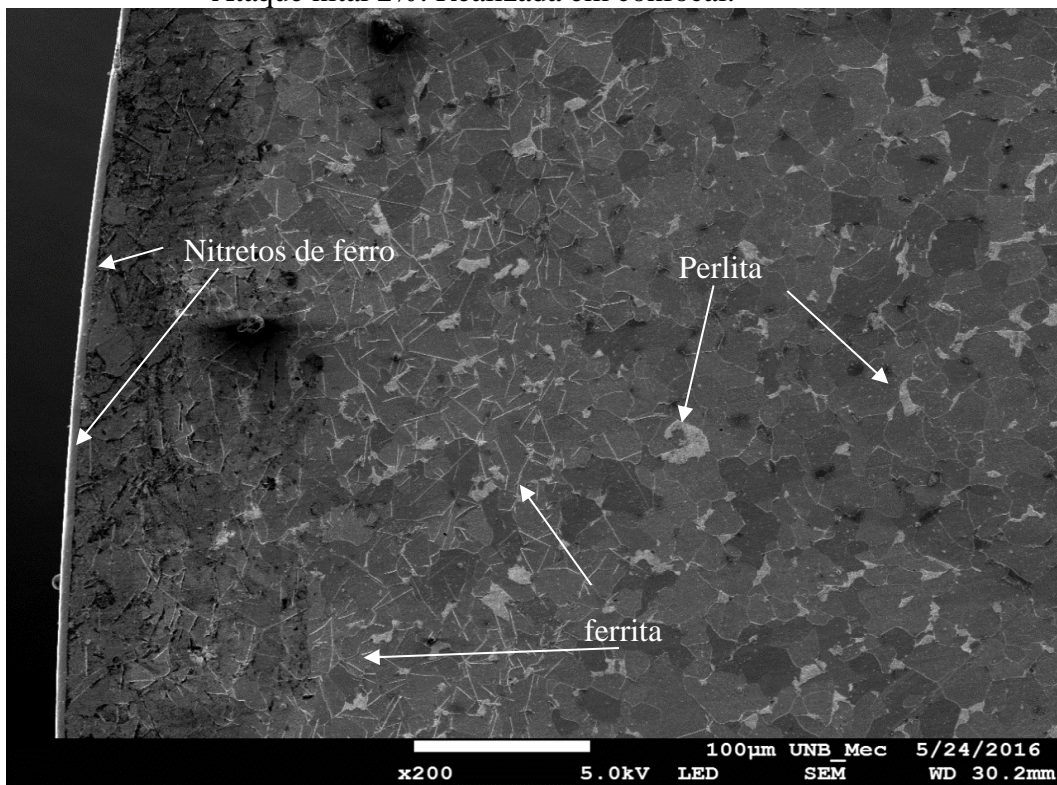


Figura 4.6: Microestrutura do aço nitretado durante 8 horas. Ataque nital 2%. 200x.

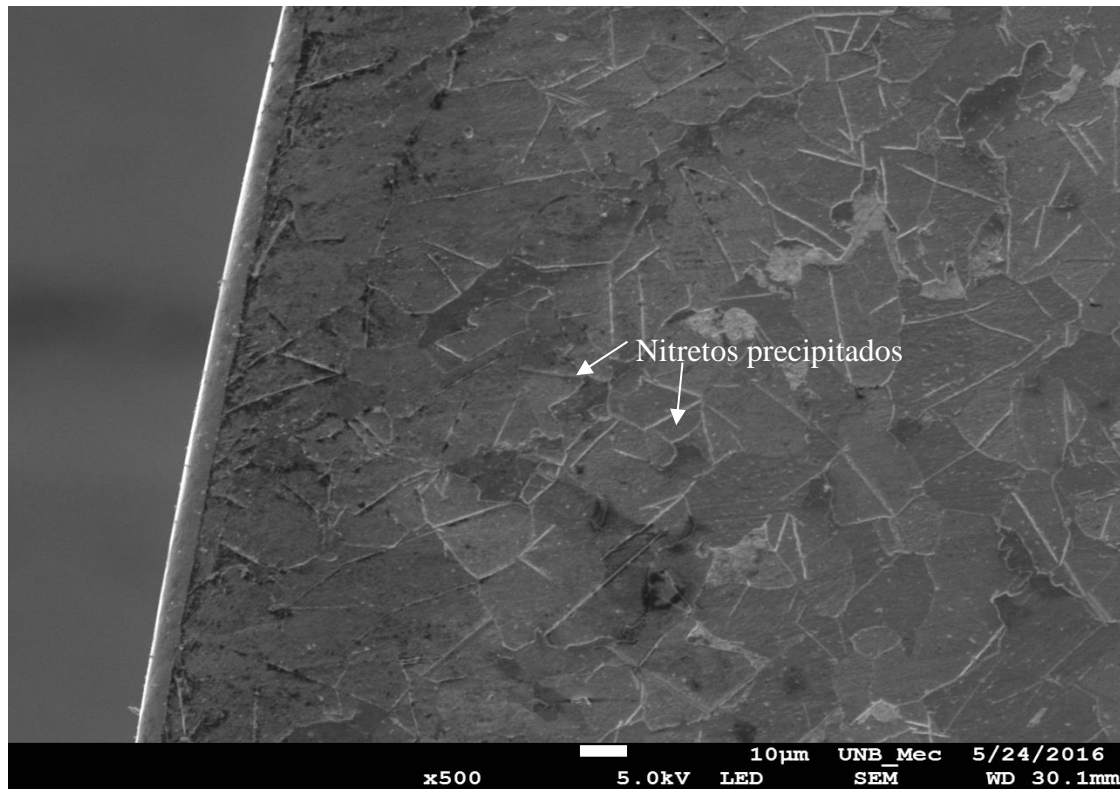


Figura 4.7:Microestrutura do aço nitretado durante 8 horas. Ataque nital 2%.500x.

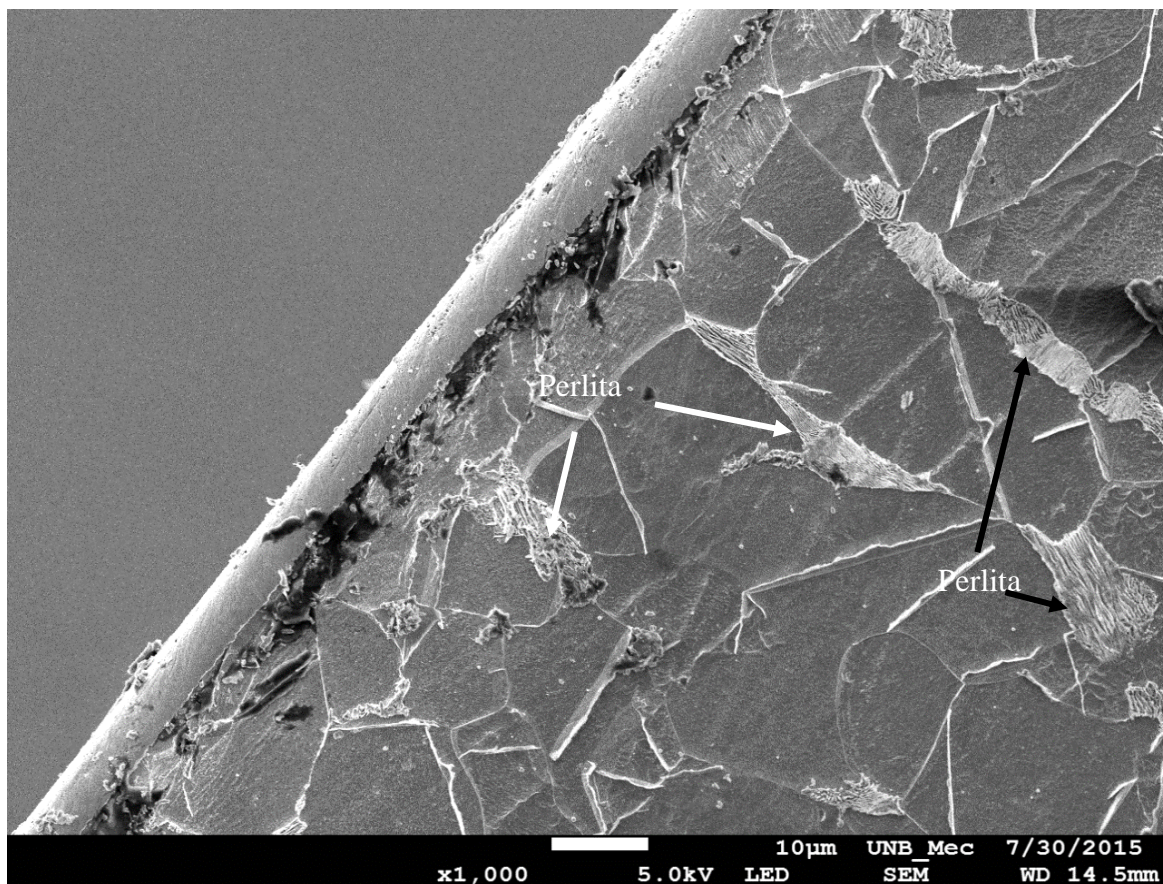


Figura 4.8:Microestrutura do aço nitretado durante 8 horas. Ataque nital 2%. 1000x.

De acordo com as análises microestruturais apresentadas na sequência de figuras 4.5 a 4.8, referentes ao aço API 5L grau B nitretado à plasma durante 8 horas, observa-se nessas a presença predominante da estrutura de matriz ferrítica com quantidade de lamelas de perlita dispersas. Na Figura 4.6 é possível avaliar uma região mais compactada, com formação de nitretos de ferro formados durante o processo de nitretação à plasma, também é possível observar os grãos de ferrita poligonais típicos de aços com baixo teor de carbono. Comparando ao aço sem tratamento a nitretação à plasma maior quantidade de lamelas de perlita, bem como toda uma região compacta de nitretos de ferro  $Fe_4-N$  e  $Fe_{2-3}N$ .

#### 4.3.2 Microestrutura do aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas.

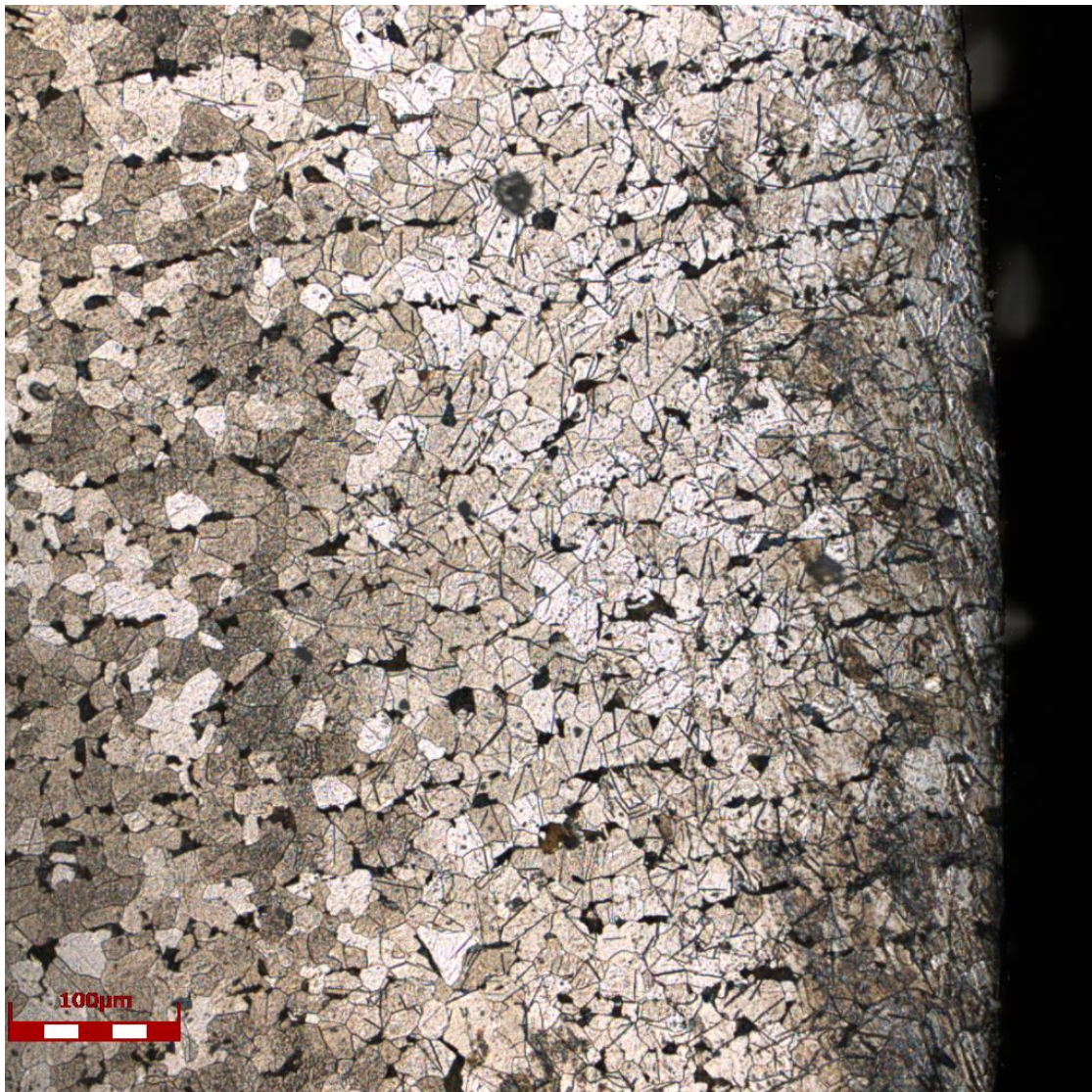


Figura 4.9: Imagem da Microestrutura do aço nitretado por 24 horas. 100 $\mu$ m. Ataque nital 2%. Realizada em confocal.

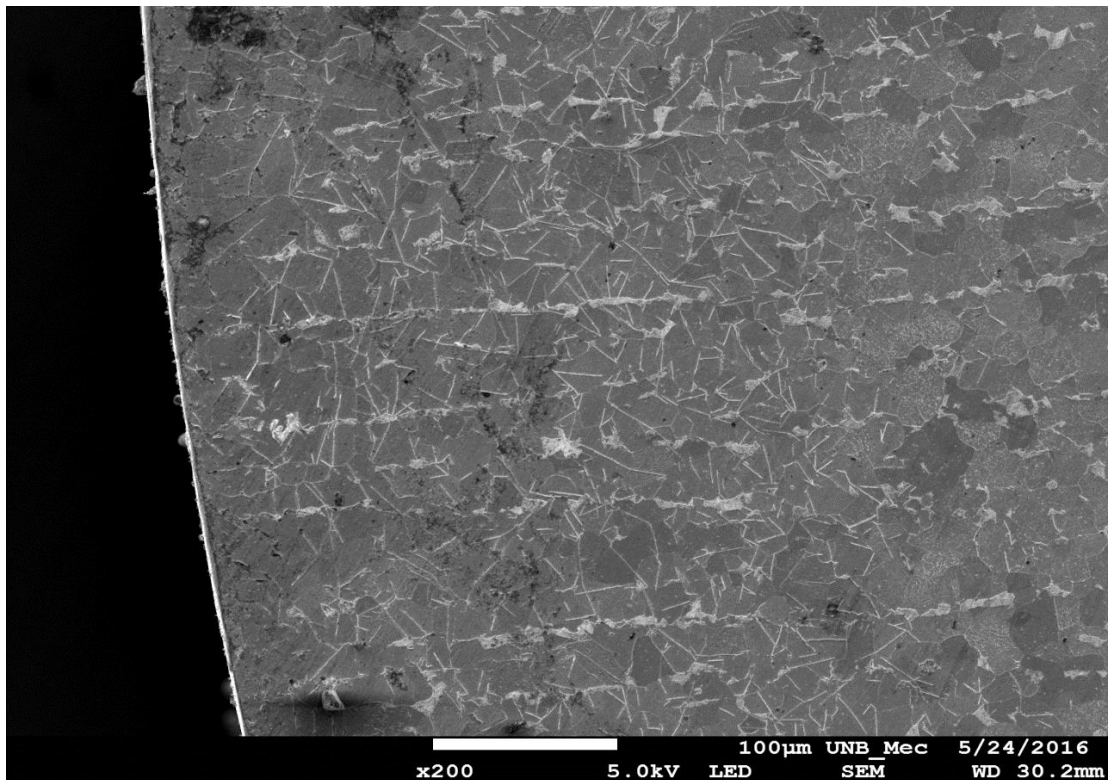


Figura 4.10:Microestrutura do aço nitretado durante 24 horas. Ataque nital 2%.200x.

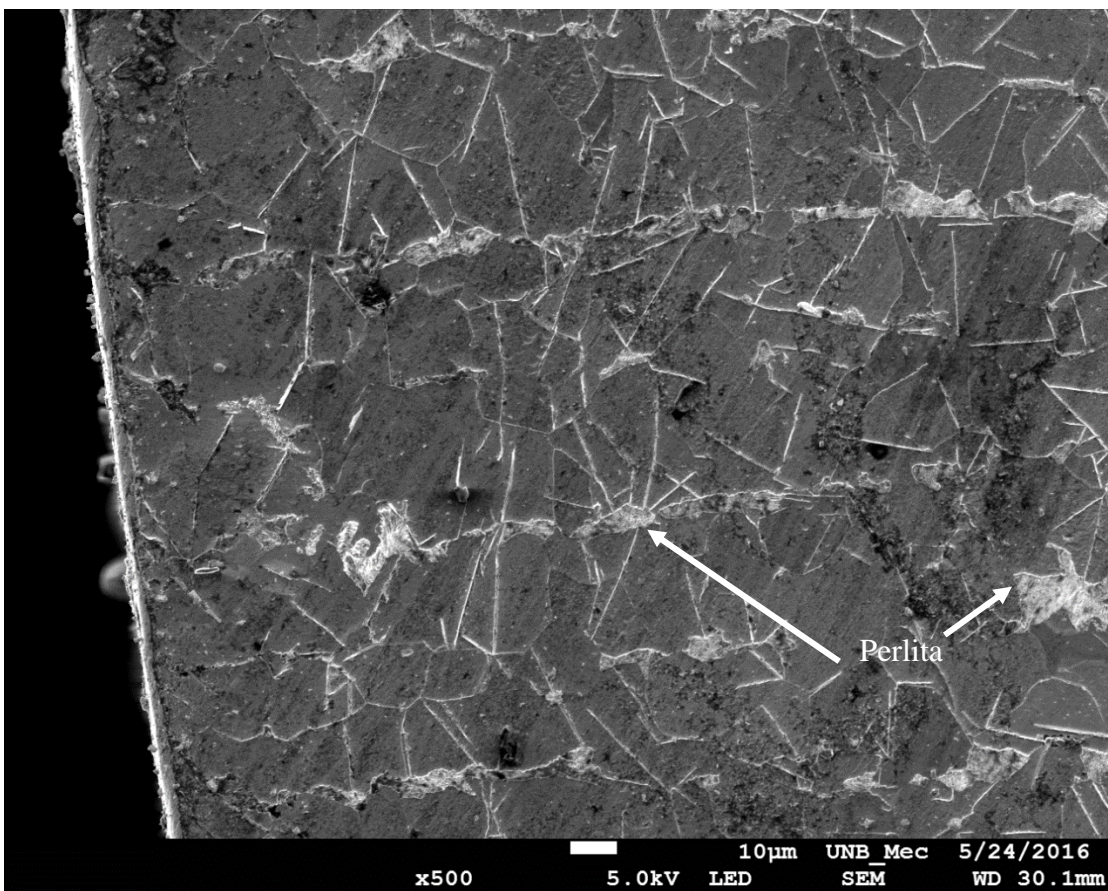


Figura 4.11:Microestrutura do aço nitretado durante 24 horas. Ataque nital 2%. 500x.

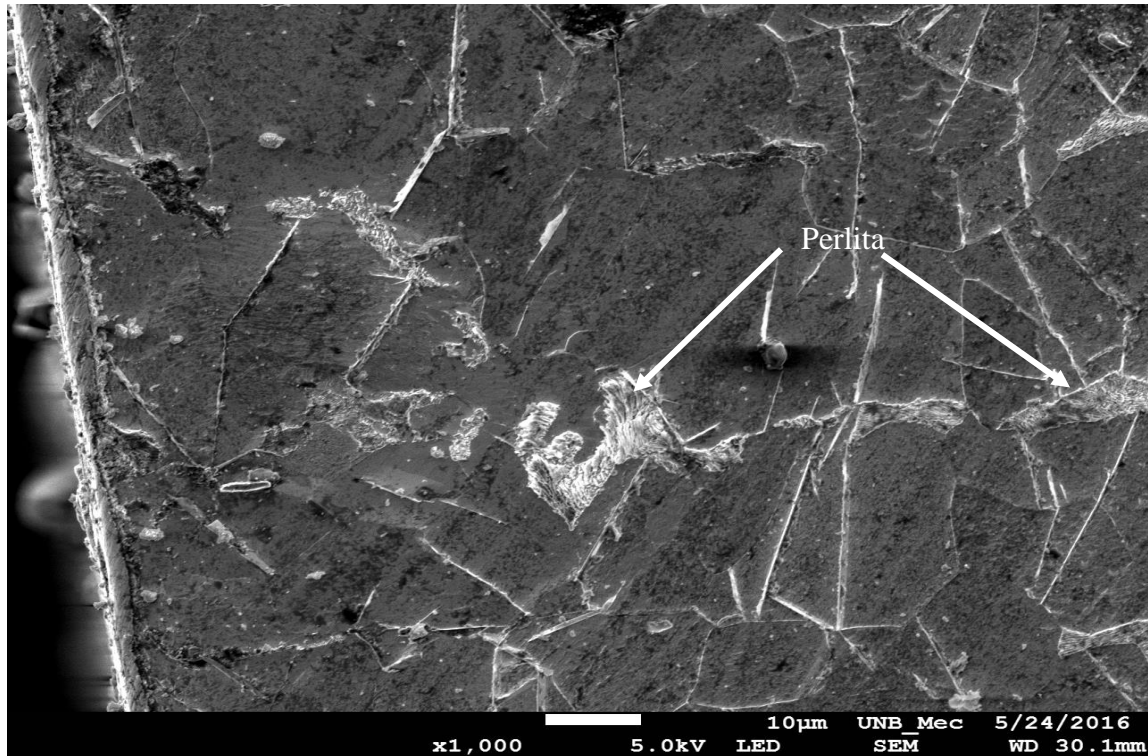


Figura 4.12: Microestrutura do aço nitretado durante 24 horas. Ataque nital 2%.1000x.

De acordo com as análises microestruturais apresentadas na sequência de figuras 4.9 a 4.16, referentes ao aço API 5L grau B nitretado à plasma durante 24 e 48 horas, observa-se nessas a presença predominante da estrutura de matriz ferrítica com quantidade maior de lamelas de perlita dispersas. É possível observar uma camada branca contínua e a presença de precipitados em contornos de grãos de nitretos do tipo  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) e  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ). Uma região mais compactada com formação de finos nitretos e defeitos na rede cristalina, devido a incorporação do nitrogênio. Com presença de nitretos de ferro que acontece na camada branca e na região do substrato oriundos do processo de nitretação à plasma, também é possível observar os grãos de ferrita poligonais típicos de aços com baixo teor de carbono. Comparando ao aço sem tratamento a nitretação à plasma originou outros precipitados na região do substrato com maior quantidade de lamelas de perlita, bem como toda uma região compacta de nitretos de ferro  $\text{Fe}_4\text{-N}$  e  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ .

### 4.3.3 Microestrutura do aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas.

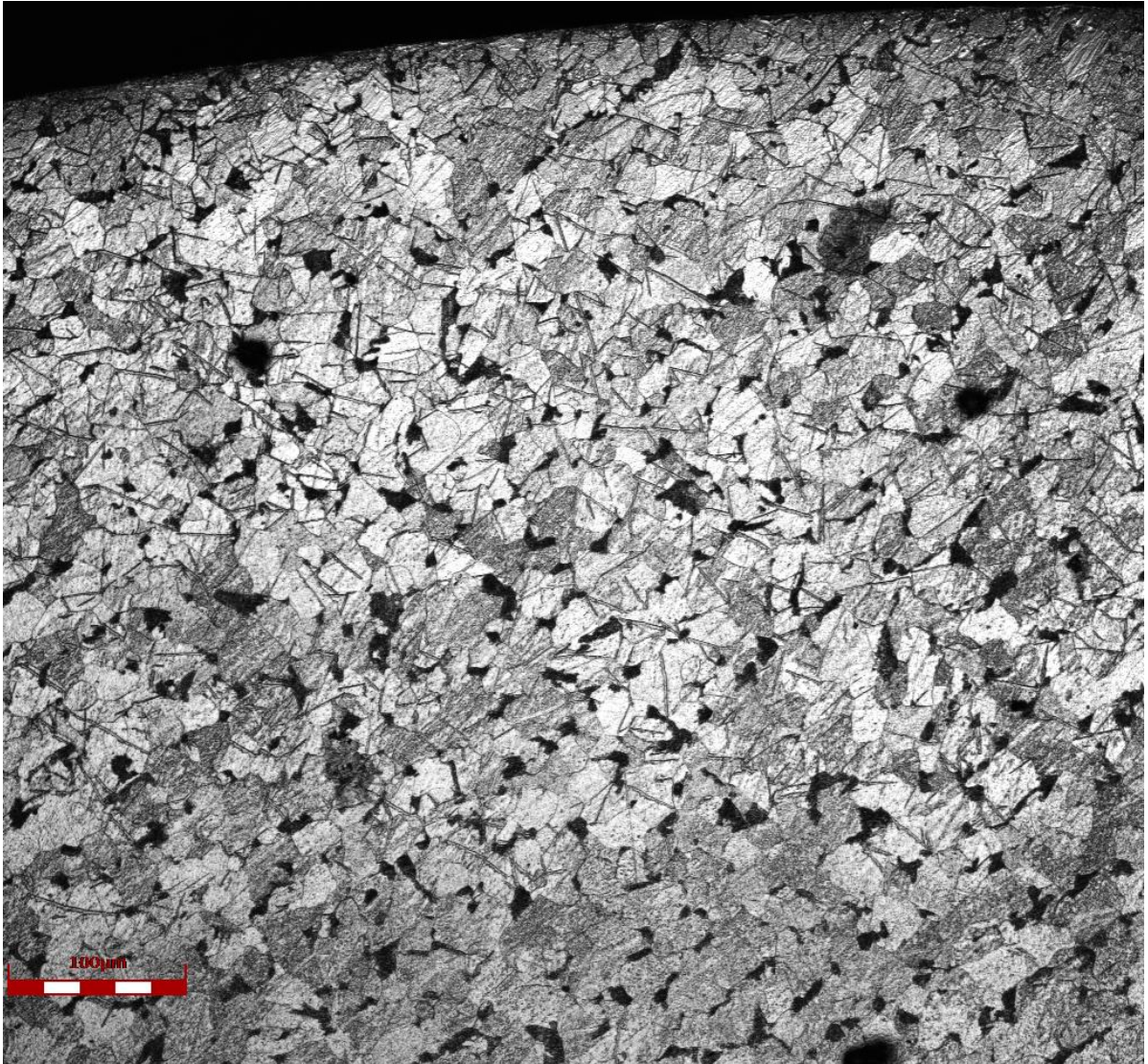


Figura 4.13: Imagem da Microestrutura do aço nitretado por 48 horas. 100µm. Ataque nital 2%. Realizada em confocal.



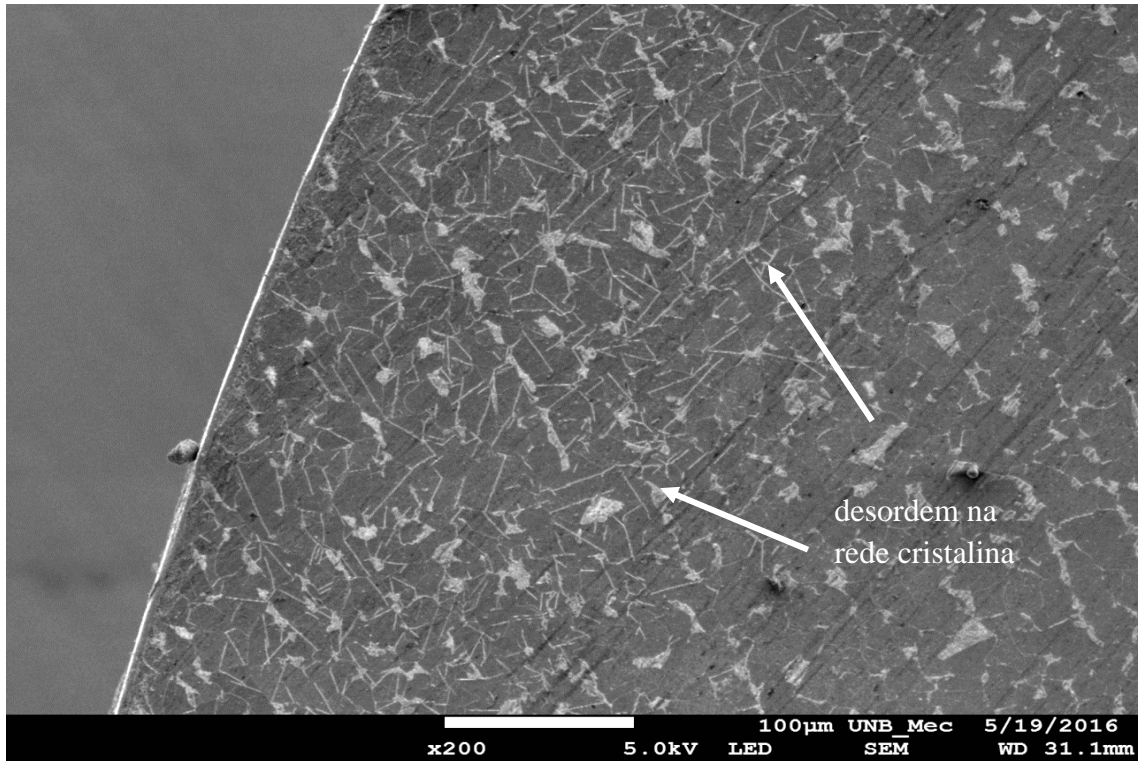


Figura 4.14: Microestrutura do aço nitretado durante 48 horas. Ataque nital 2%.200x.

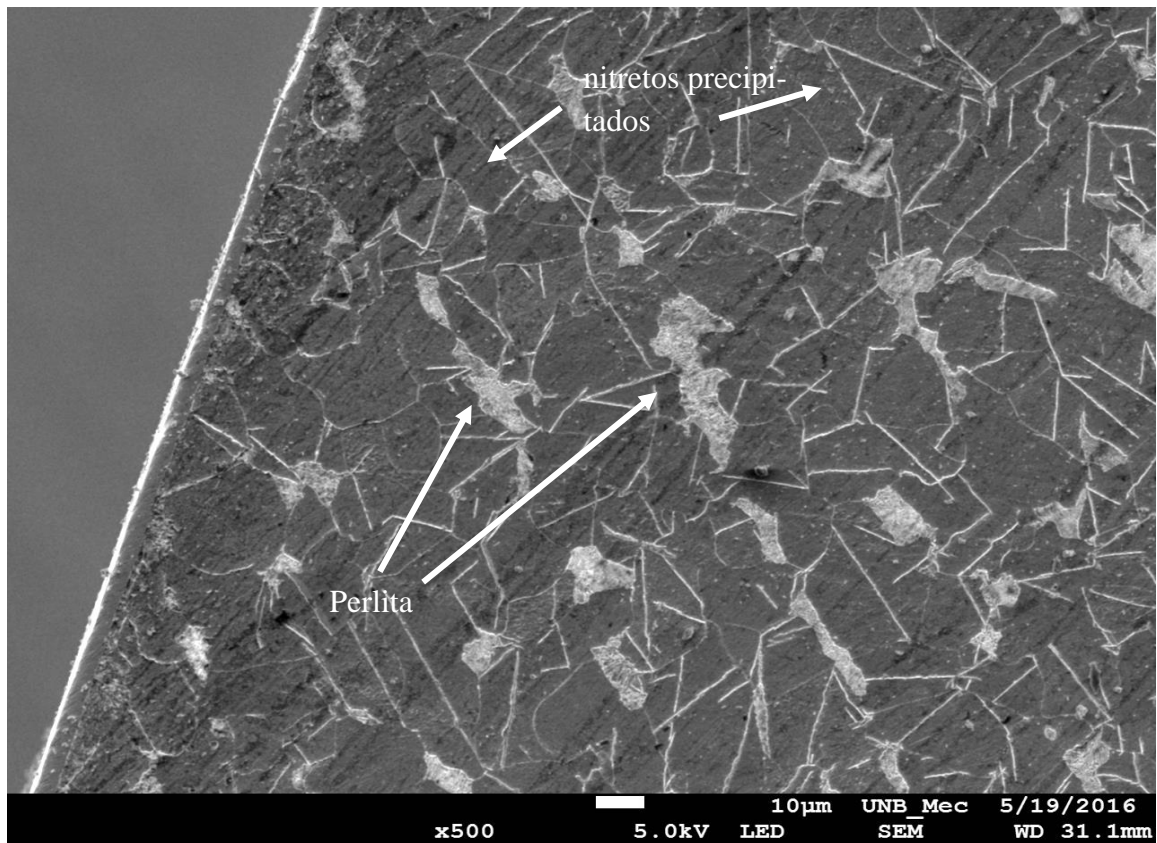


Figura 4.15 Microestrutura do aço nitretado durante 48 horas. Ataque nital 2%.500x.

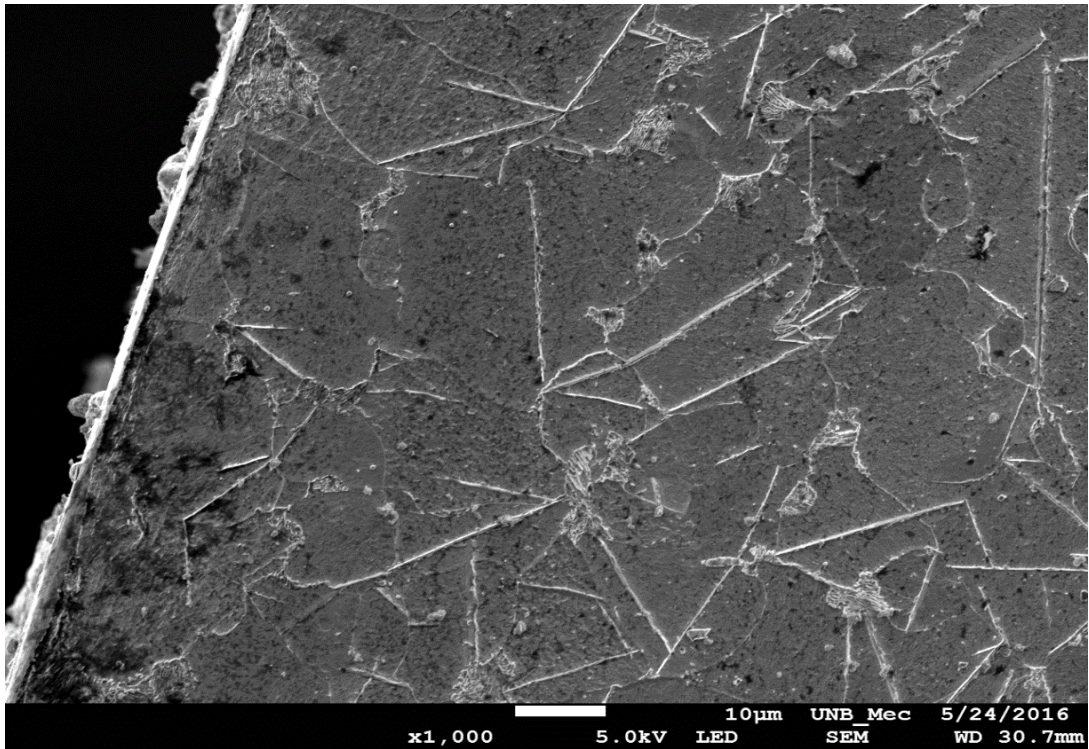


Figura 4.16: Microestrutura do aço nitretado durante 48 horas. Ataque nital 2%.1000x.

Na sequência a partir da Figura 4.17 à Figura 4.19 são apresentadas ampliações dos grãos do aço API 5L grau B nitretado durante 24 horas, onde as lamelas de perlita ficam mais aparentes.

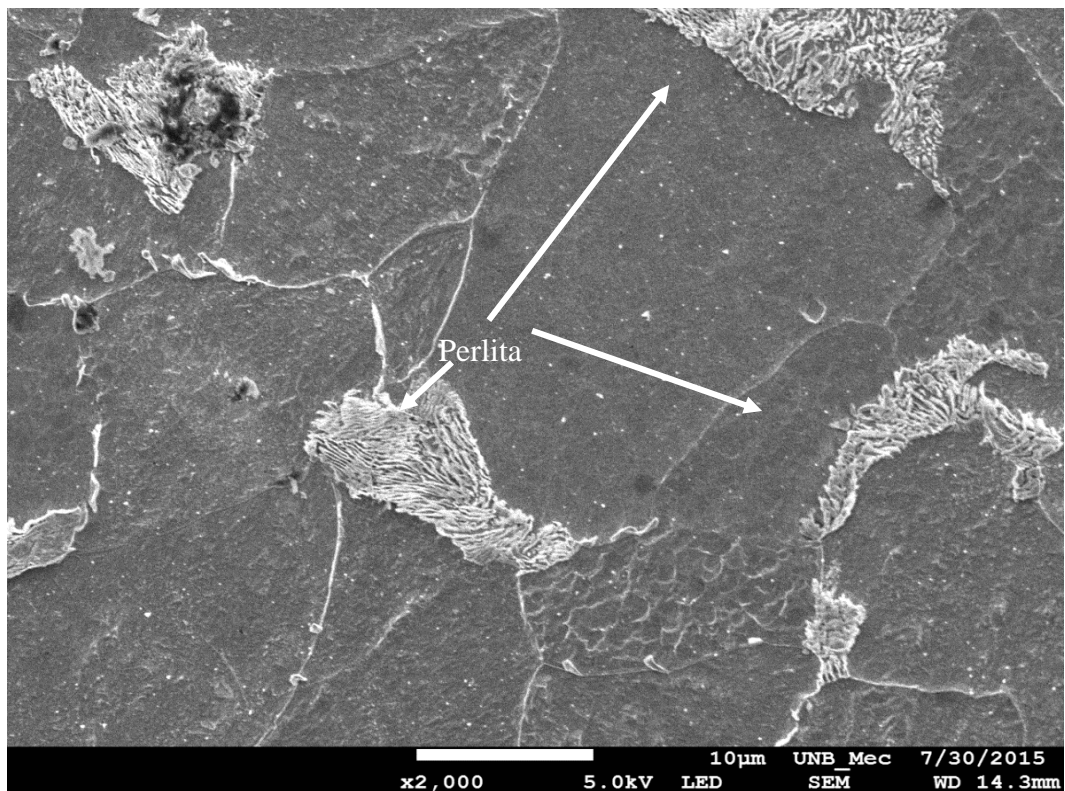


Figura 4.17: Imagem I de microconstituente perlita após nitretação de 24 horas. Ataque nital 2%.2000x.

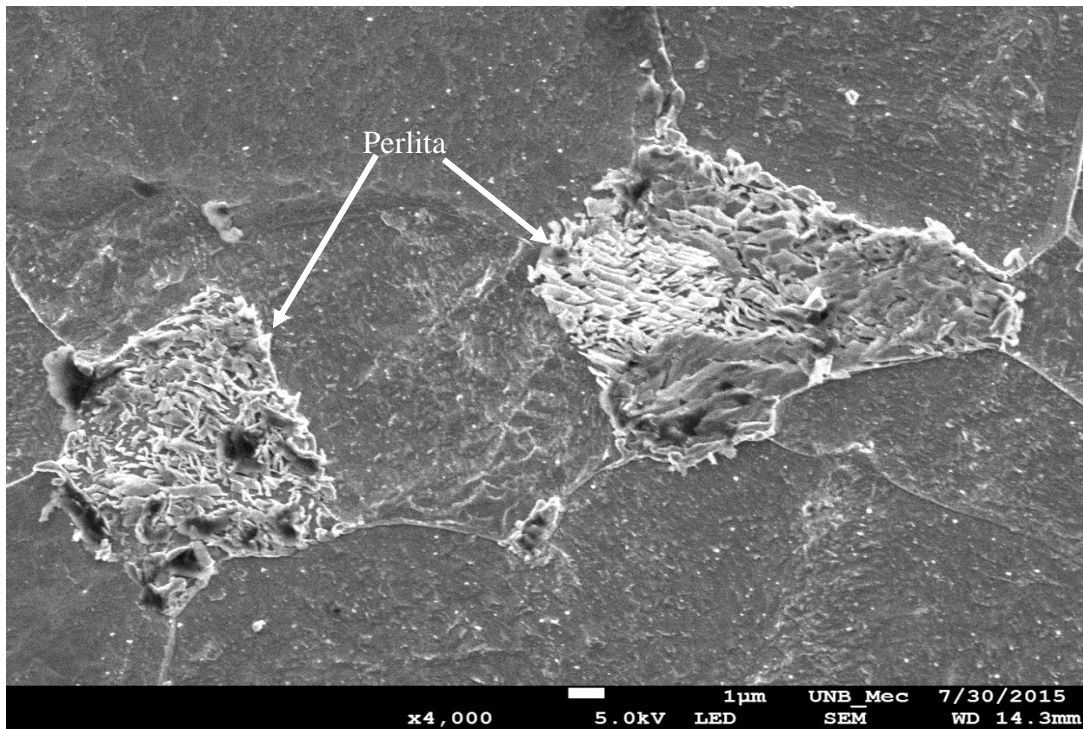


Figura 4.18: Imagem II de perlita após nitretação de 24 horas. Ataque nital 2%. 4000x.

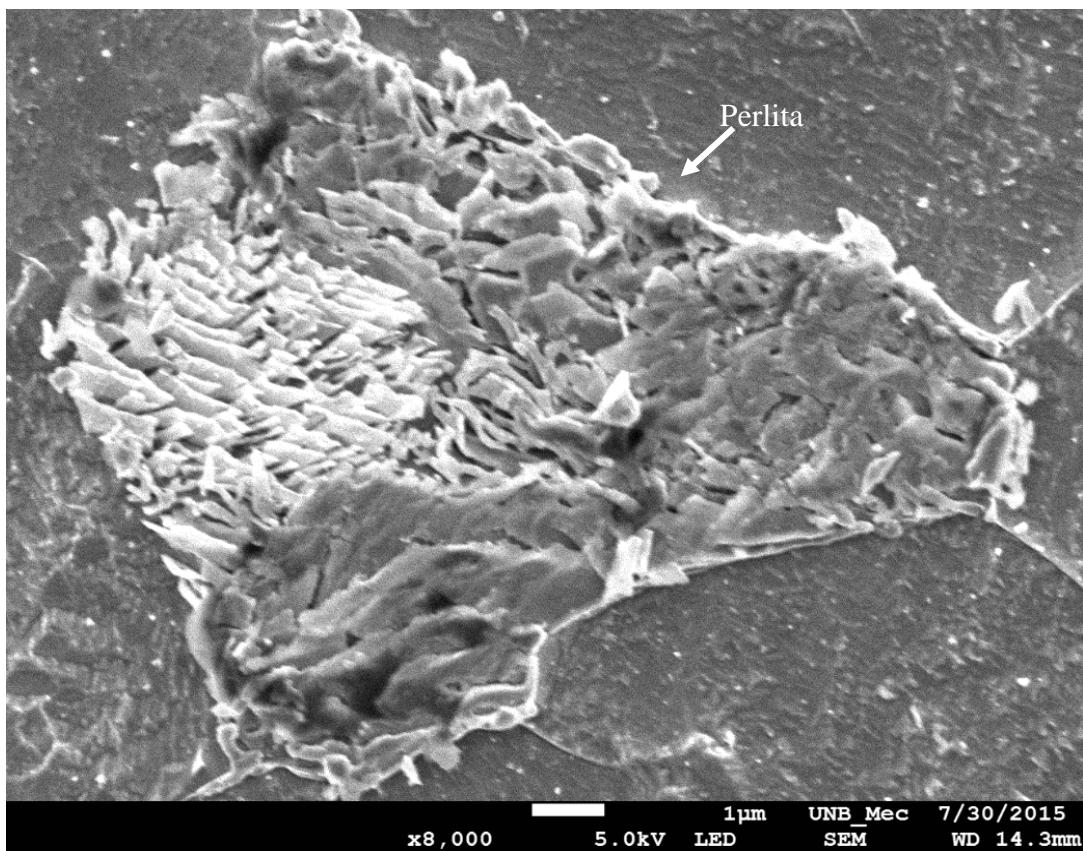


Figura 4.19: Imagem III microconstituente do aço após nitretação de 24 horas. Ataque nital 2%. 8000x.

Na Figura 4.20 são apresentadas micrografias lado a lado do aço API 5 L Grau B sem tratamento e nitretado durante 8,24 e 48 horas com mesma ampliação, amostras atacadas com nital 2%.200x.

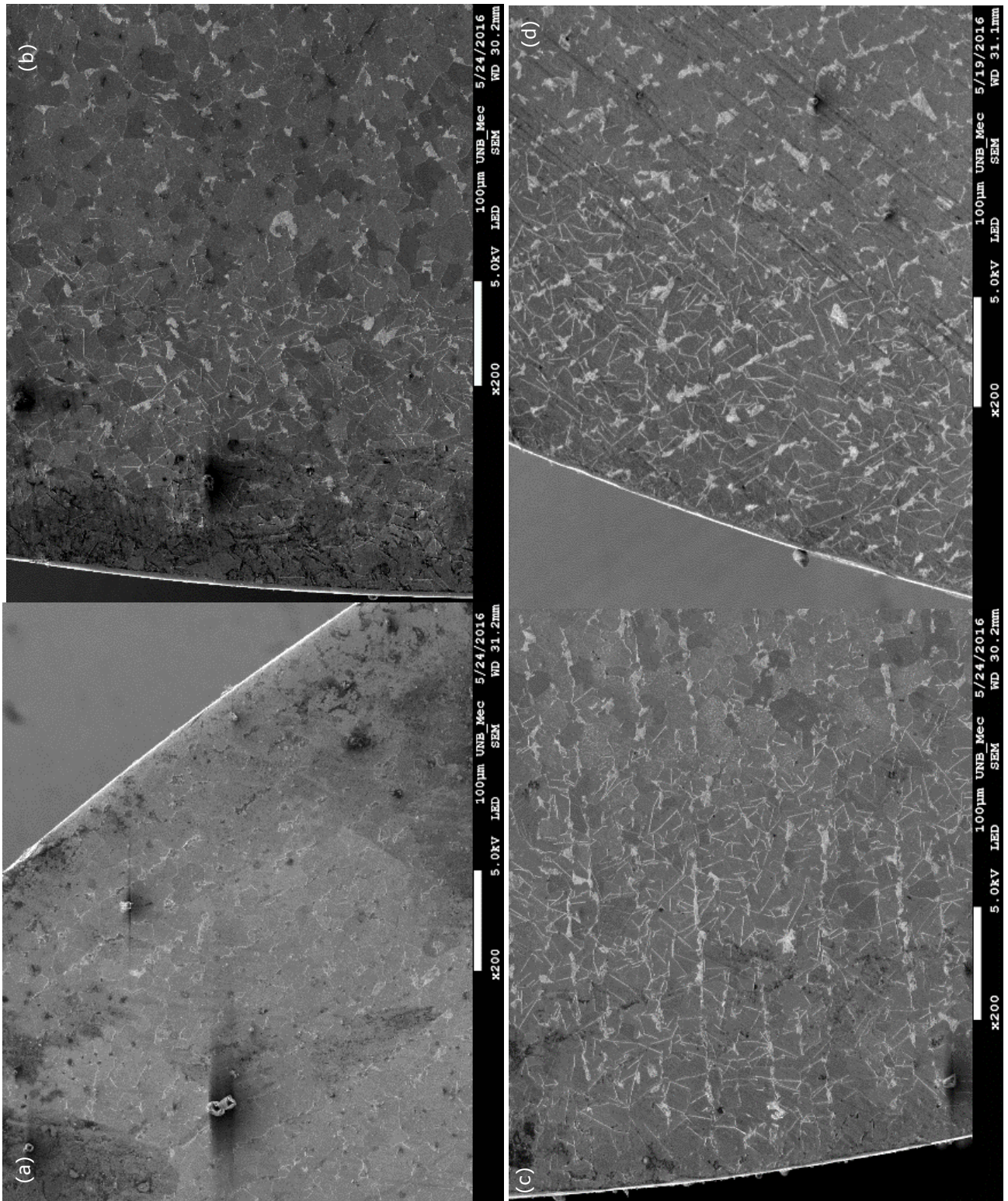


Figura 4.20: Aço API 5L grau B, ataque nital 2%, 200x, (a) Sem tratamento, (b) Nitretado durante 8 horas, (c) Nitretado durante 24 horas e (d) Nitretado durante 48 horas.

Observa-se na Figura 4.20 que para todos os tempos de nitretação houve a formação de duas camadas distintas, sendo a mais externa a camada composta ou camada branca e a mais interna chamada camada de difusão. Conforme observado na literatura em diferentes tipos de aços (MANISEKARAN,T., 2007) . É possível observar também na Figura 4.20 a) b) e c) distorção de reticulado cristalino causada pela presença do nitrogênio intersticial na camada de austenita expandida, o que pode gerar tensões compressivas, tais distorções podem ser causadas pelo processo de nitretação à plasma, observadas por (FERNANDES, 2011) ainda de acordo com as análises microestruturais apresentadas na sequência de figuras 4.11 a 4.15, há presença predominante da estrutura de matriz ferrítica com quantidade maior de lamelas de perlita dispersas com grãos mais densos. A camada branca e a região do substrato oriundos do processo de nitretação à plasma também são melhores observados, assim como precipitados e grãos de ferrita poligonais típicos de aços com baixo teor de carbono.

#### 4.4 MICRODUREZA VICKERS DAS AMOSTRAS

Na Figura 4.21 são apresentadas as curvas obtidas de 10 a 100 micra nos ensaios realizados de 10 em 10 micra.

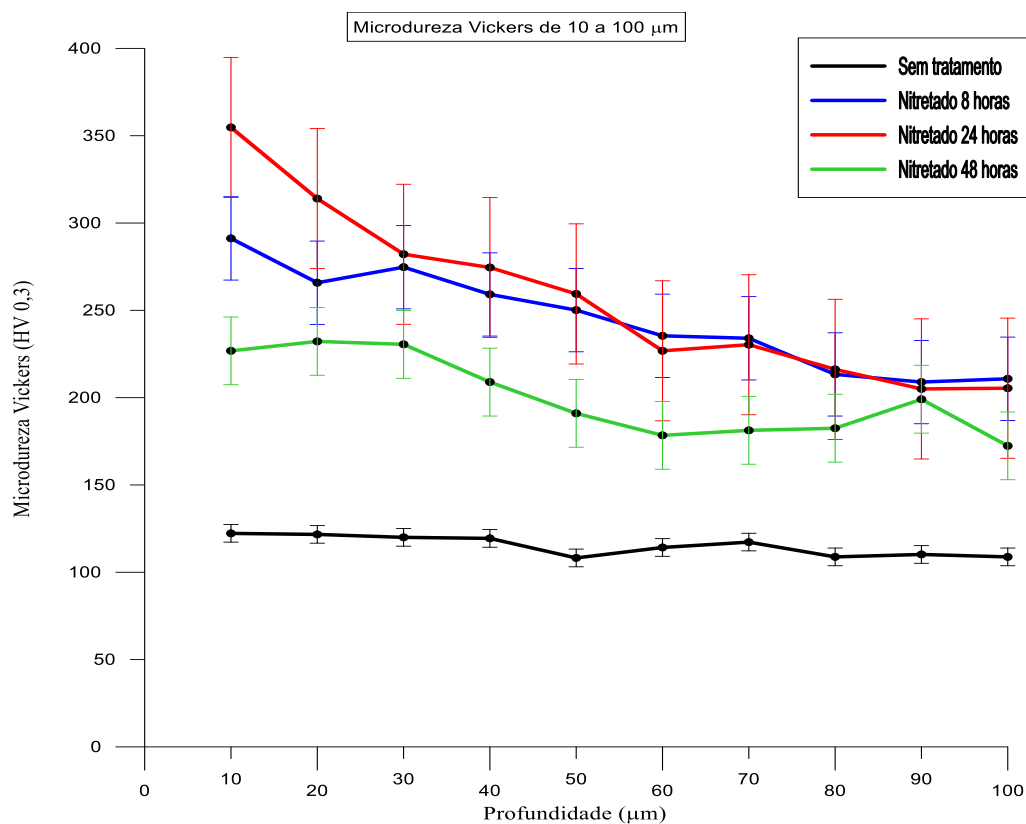


Figura 4.21: Microdureza vickers em função da profundidade do aço API 5L Grau B de 10 em 10 micra.

A partir dos dados apresentados na Figura 4.21 de 10 a 100 micra é possível observar que o valor de microdureza da superfície referente à camada nitretada com 24 horas de tratamento tem o maior resultado de microdureza próximo a 350 HV, representando aumento de aproximadamente 200% quando comparado ao material sem tratamento que obteve 120 HV. Em seguida, tem-se a camada com 8 horas, com valores de microdureza bem próximos aos valores do aço tratado com 24 horas e pico de 291 HV representando aumento de aproximadamente 140% comparado ao material sem tratamento e por fim o aço nitretado durante 48 horas, com pico de 232 HV representando aumento na faixa de 90% comparado ao material sem tratamento. Na Figura 4.22 são apresentadas as curvas obtidas de 100 a 300 micra nos ensaios realizados de 20 em 20 micra.

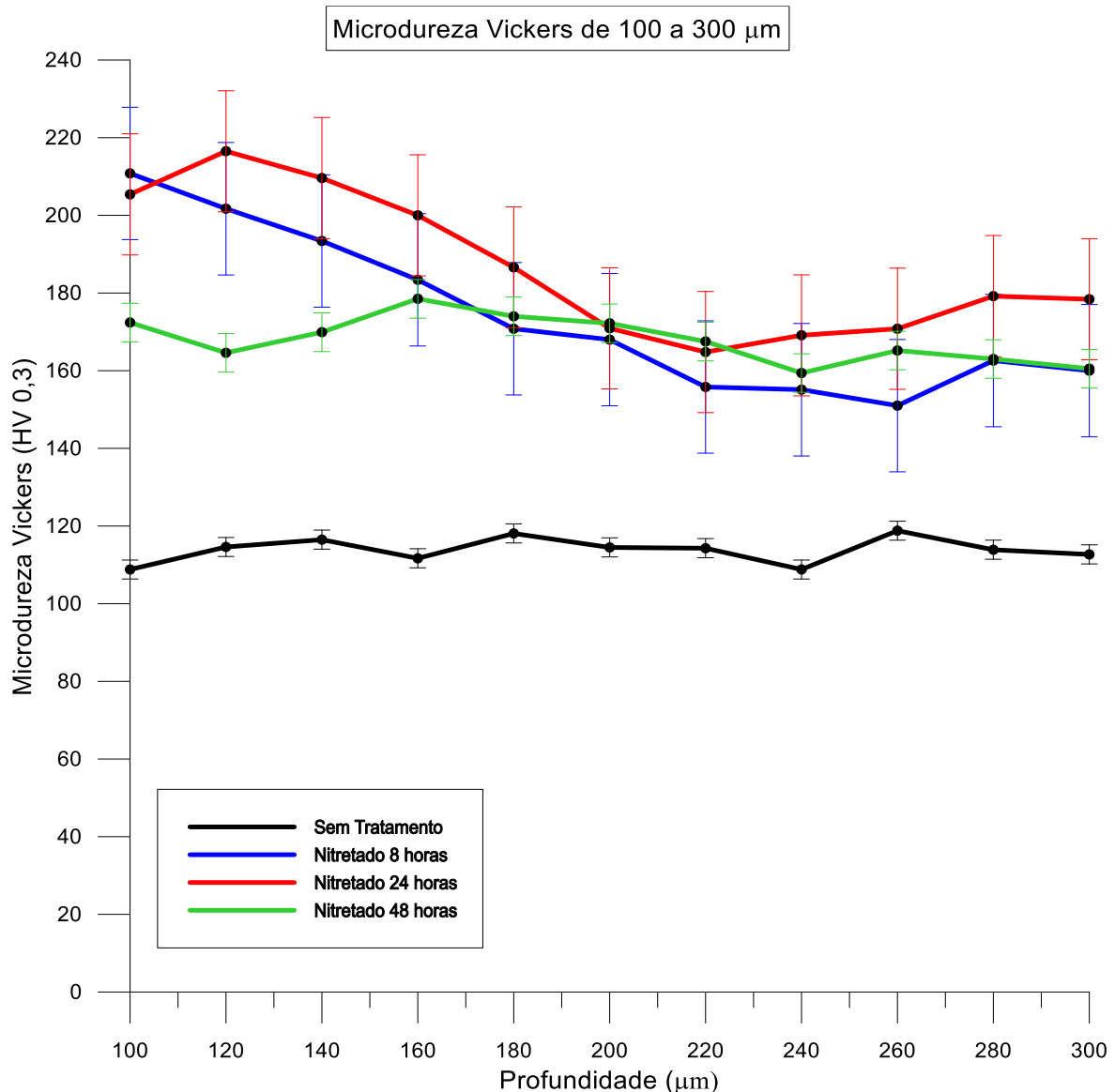


Figura 4.22: Microdureza vickers em função da profundidade do aço API 5L Grau B de 20 em 20 micra.

A partir dos dados apresentados na Figura 4.22 de 100 a 300 micra é possível observar que o valor de microdureza da superfície referente à camada nitretada com 24 horas de tratamento continua apresentando maior resultado de microdureza no valor de 216 HV, representando aumento de aproximadamente 80% quando comparado ao material sem tratamento que manteve seus valores na faixa de 120 HV. Em seguida, tem-se a camada com 8 horas de nitretação, com valores de microdureza bem próximos aos valores do aço tratado com 24 horas e pico de 210 HV representando aumento de aproximadamente 78% comparado ao material sem tratamento e por fim o aço nitretado durante 48 horas, com pico de 178,5 HV representando aumento na faixa de 50% comparado ao material sem tratamento. Na Figura 4.23 são apresentadas as curvas obtidas de 300 a 1000 micra nos ensaios realizados de 50 em 50 micra.

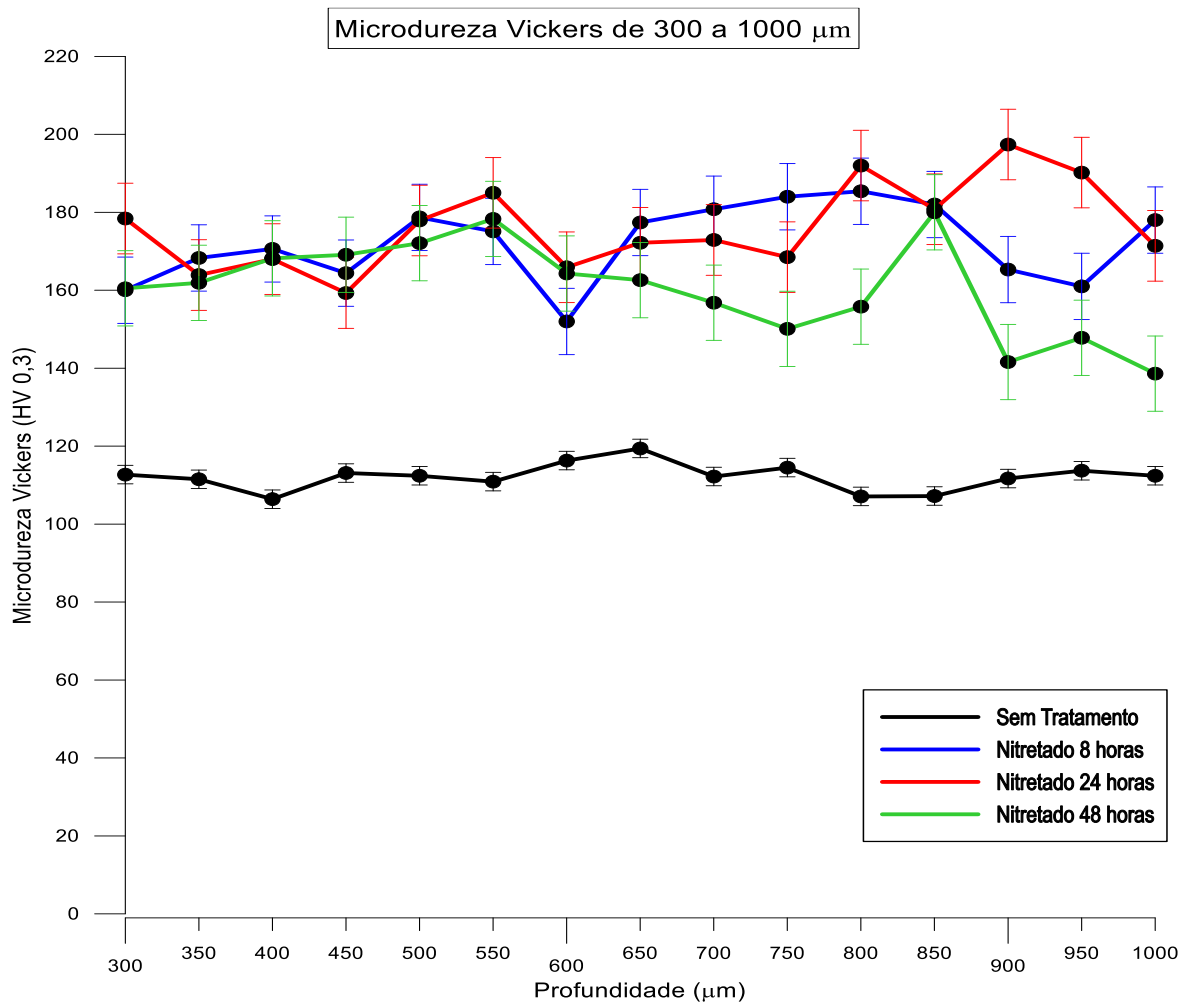


Figura 4.23: Microdureza vickers em função da profundidade do aço API 5L Grau B de 50 em 50 micra.

A partir dos dados apresentados na Figura 4.23 de 300 a 1000 micra é possível observar que o valor de microdureza da superfície referente à camada nitretada com 24 horas de tratamento continua apresentando maior resultado de microdureza no valor de 185 HV, representando aumento de aproximadamente 55% quando comparado ao material sem tratamento que manteve seus valores na faixa de 120 HV. Em seguida, tem-se as camadas com 8 e 48 horas de nitretação, apresentando valores de microdureza bem próximos aos valores do aço tratado com 24 horas e picos de 178 HV representando aumento de aproximadamente 50% comparado ao material sem tratamento. Nessa faixa de 300 micrômetros a 1000 micrômetros as amostras nitretadas apresentaram valores bem próximos uns dos outros com ligeira superioridade para o aço nitretado por 24 horas, porém todos com resultados de microdureza superiores aos do aço sem tratamento. Na Figura 4.24 são apresentadas as curvas completas obtidas nos ensaios realizados em todas as amostras de 10 a 1000 micra.

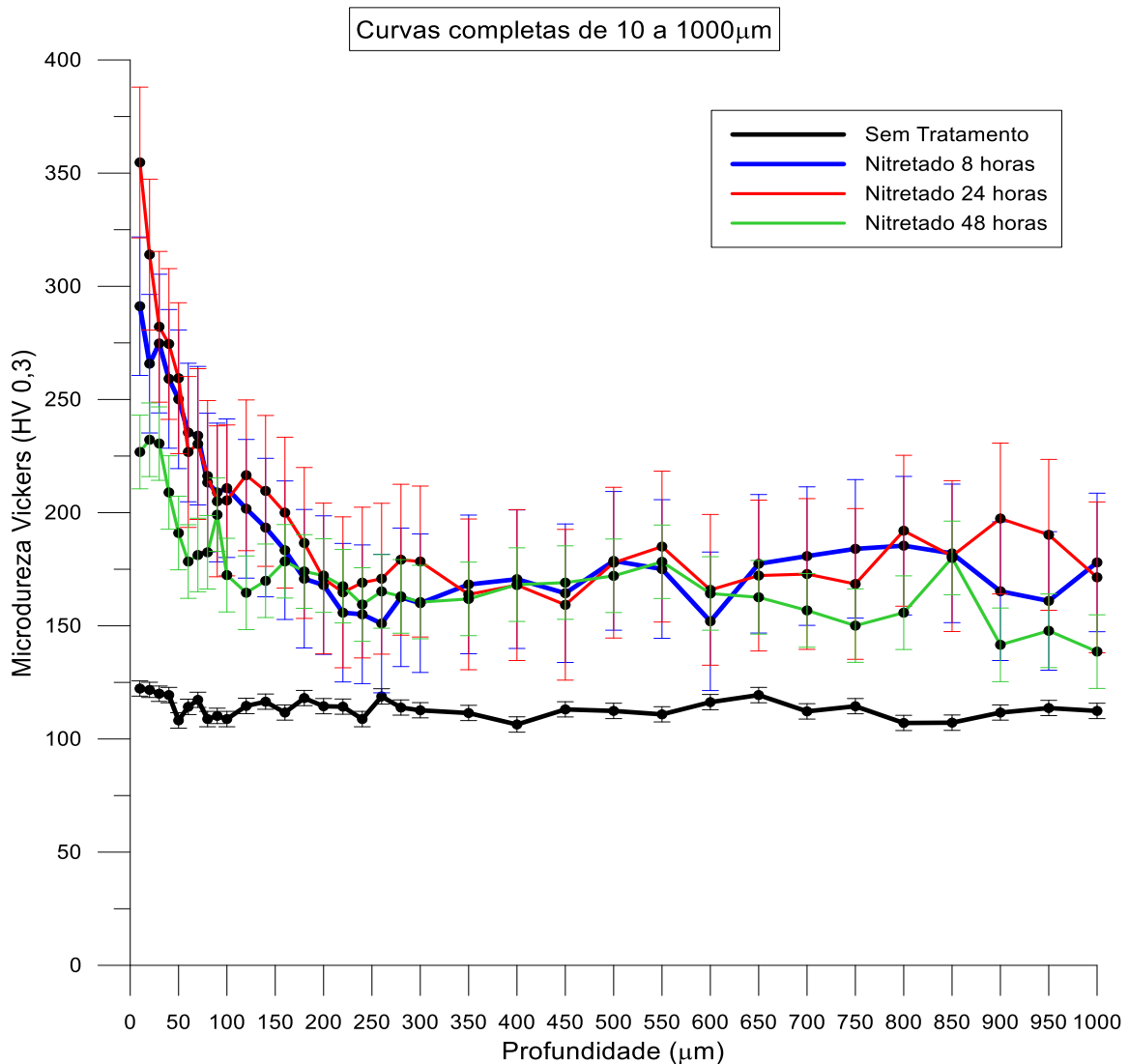


Figura 4.24: Curvas completas de microdureza vickers em função da profundidade do aço API 5L Grau B de 10 a 1000 micra.



A partir dos dados apresentados na Figura 4.24 de 10 a 1000 micra é possível observar que o valor de microdureza da superfície referente à camada nitretada com 24 horas de tratamento apresentou os maiores resultados de microdureza em todo ensaio, apresentando pico no valor de 350 HV, seguido do aço nitretado por 8 horas com pico de 291 HV e do aço nitretado por 48 horas com pico de 232 HV e em todos os casos os picos ocorreram próximos as superfícies nitretadas, ou seja, de 10 a 100 micra, onde o volume dos nitretos formados é superior ao volume da ferrita, que predomina no restante da peça. É possível avaliar que os valores das medidas de microdureza, à medida que se afastam da superfície em direção ao centro da amostra, em todas amostras nitretadas os valores obtidos são estatisticamente dentro do desvio padrão essa avaliação fica mais clara a partir de 300 micra, pois na faixa de 0 a 100 micra a amostra com 24 horas de tratamento apresentou resultados superiores a amostra do aço sem tratamento aumento na faixa de 200%.

#### 4.5 DETERMINAÇÃO DAS FASES POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

Na Figura 4.25 à Figura 4.28 são exibidos os resultados de difratometria de raios X obtidos a partir de análises realizadas em superfícies de amostras sem tratamento, bem como, de amostras nitretadas durante 8, 24 e 48 horas. Os resultados revelaram a presença das fases  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N e  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N. O aço nitretado durante 8 horas apresentou uma maior intensidade desses componentes  $\gamma'$  e  $\epsilon$ , seguido pelo aço nitretado durante 24 horas e por fim o aço nitretado durante 48 horas.

É possível observar pela Figura 4.25, referente ao aço sem tratamento, os picos de difração de raios característicos para aço, também encontrado em outros trabalhos na literatura como (GONTIJO, MACHADO, *et al.*, 2001) apresentando como esperado a existência de picos de ferrita ( $\alpha$ -Fe).

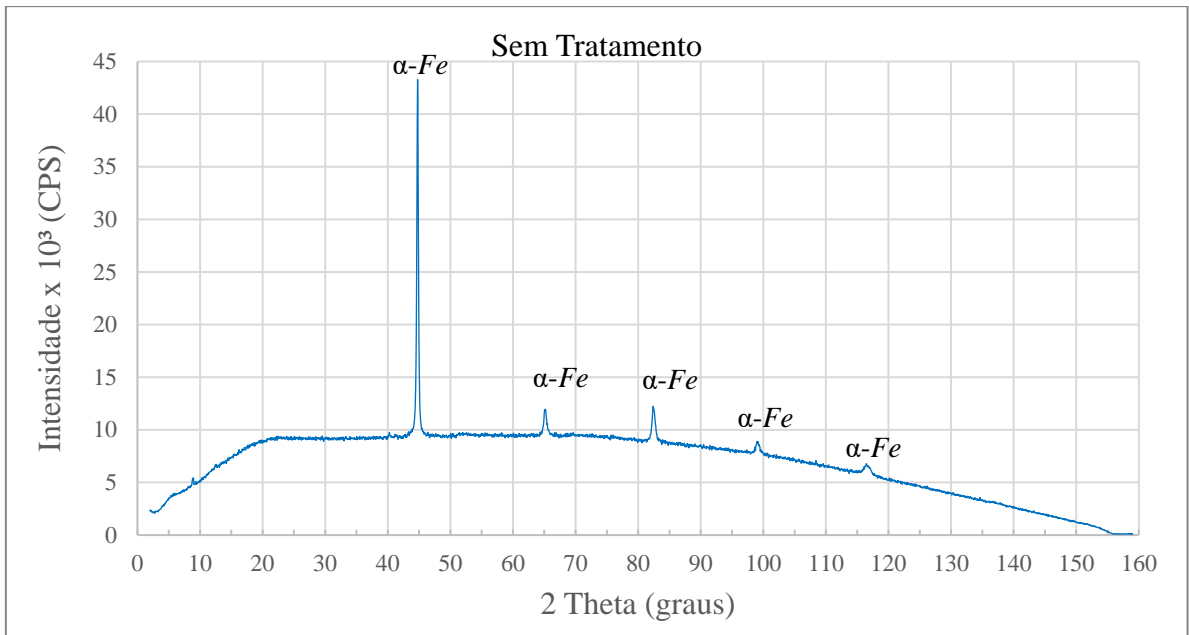


Figura 4.25: Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra sem tratamento.

A partir da Figura 4.26 a Figura 4.28 são apresentados os espectros de difratometria efetuados na superfície em incidência rasante de raio X dos aços que foram nitretados durante 8, 24 e 48 horas, respectivamente.

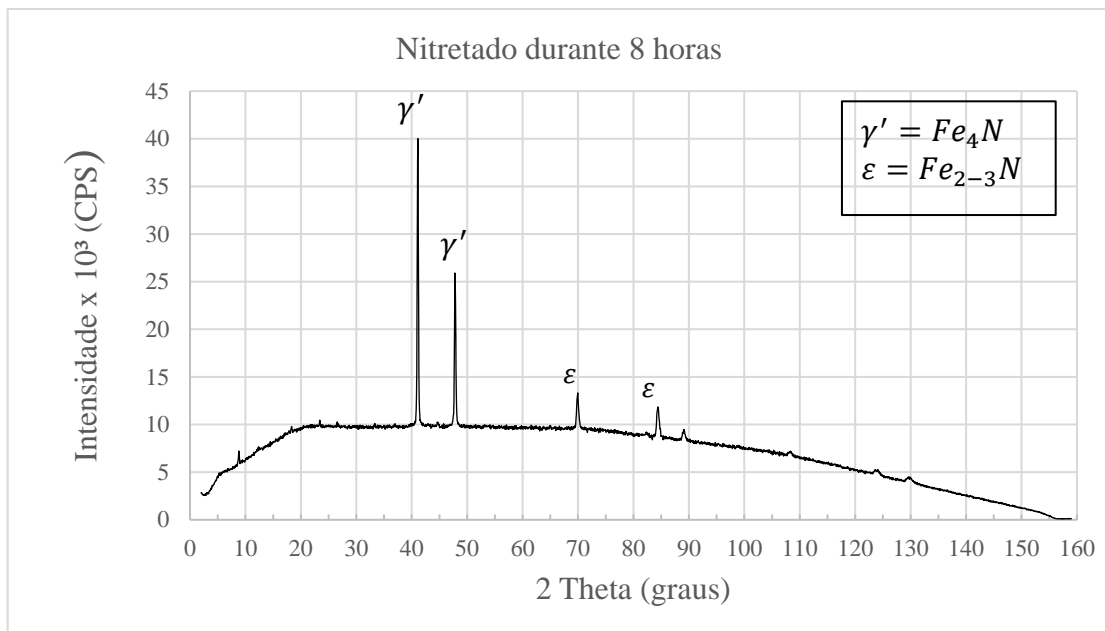


Figura 4.26: Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 8 horas de nitretação.

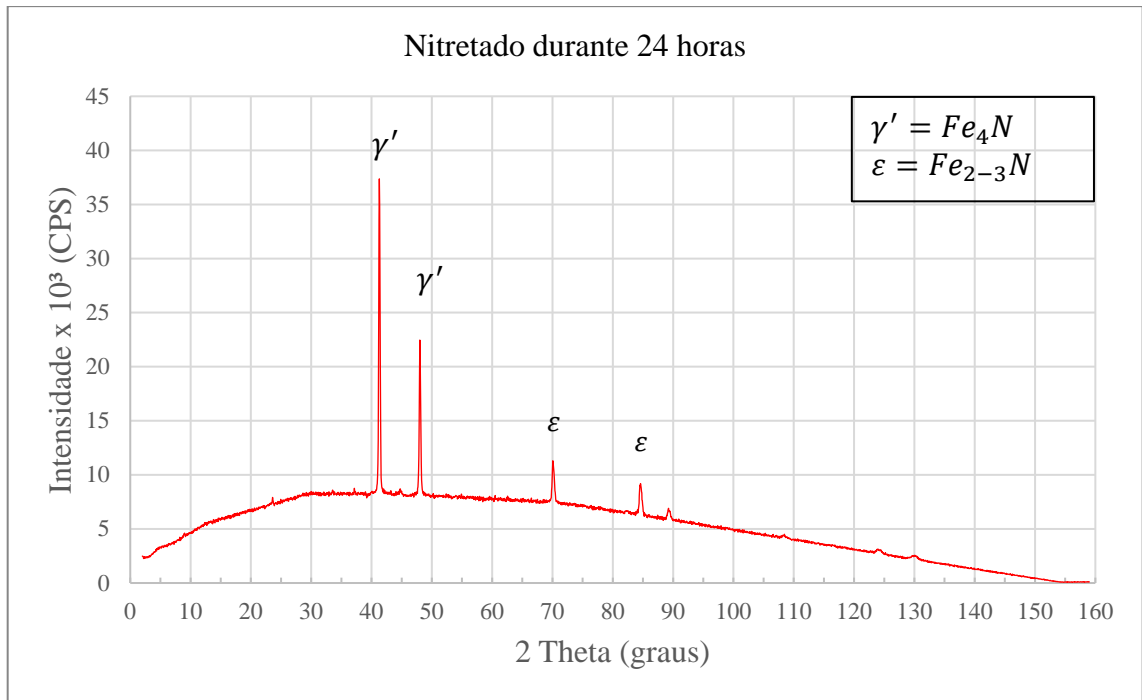


Figura 4.27: Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 24 horas de nitretação.

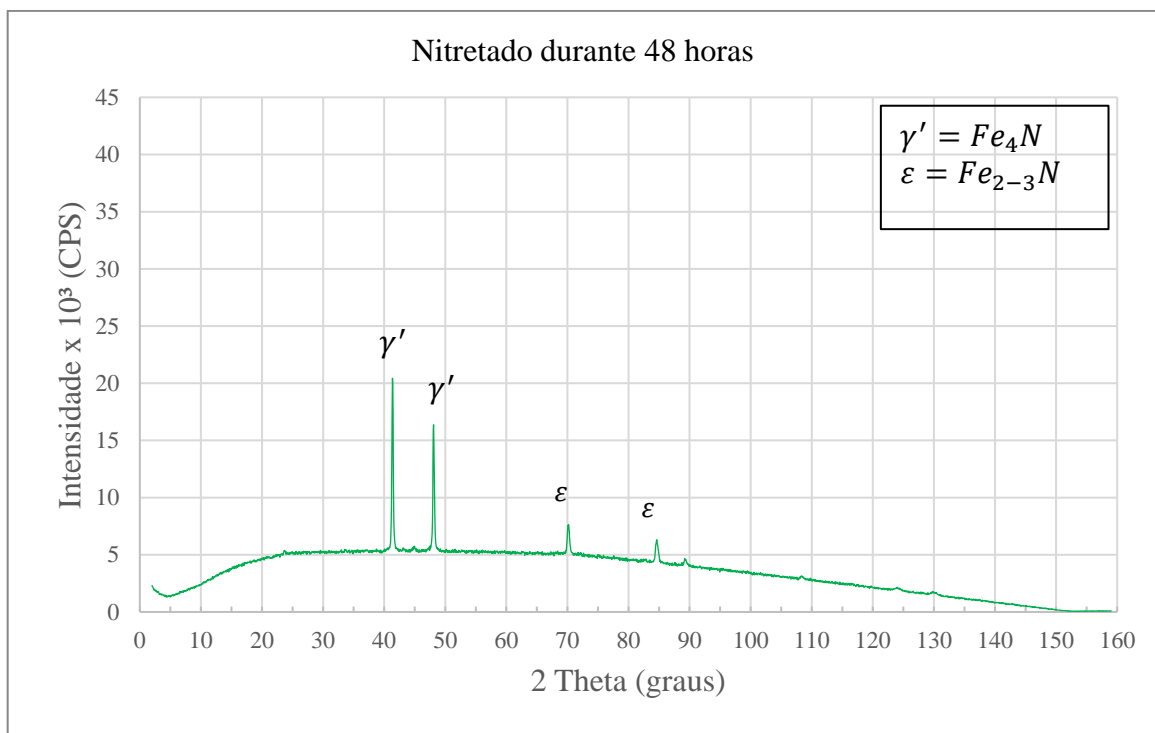


Figura 4.28: Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 48 horas de nitretação.

É possível observar que o aço nitretado durante 8 horas apresentou maior intensidade dos componentes ( $\gamma'$  e  $\epsilon$ )  $\gamma'$ - $Fe_4N$  e  $\epsilon$ - $Fe_{2-3}N$ , seguido dos aços nitretados durante

24 e 48 respectivamente. Observa-se pelas Figura 4.26 à Figura 4.28 que os picos de difração de raios X recaem sobre os mesmos ângulos  $2\theta$ , apresentando a existência de nitretos de ferro tipo  $\gamma'$ - $Fe_4N$  e  $\epsilon$ - $Fe_{2-3}N$  e não apresenta outros picos referentes a outros tipos de nitretos, devido à ausência de elementos de liga ou quantidade insuficiente para formação de nitretos de ferro caracterizando apenas impurezas no material.

A partir da Figura 4.29, onde foi incluído o pico difratométrico da amostra sem tratamento junto aos picos das amostras nitretadas, é possível observar que existe pico referente à matriz do substrato, ou seja, martensita revenida na região próxima ao ângulo de 85 graus, o que indica que o volume irradiado na DRX corresponde à região do substrato e da região da camada de compostos. Uma explicação para os menores resultados de gama linha e épsilon, com relação ao tempo de tratamento é que quanto maior o tempo de nitretação menor será a difusão para formação de nitretos no interior da peça, contrário ao que acontece mais próximo a superfície.

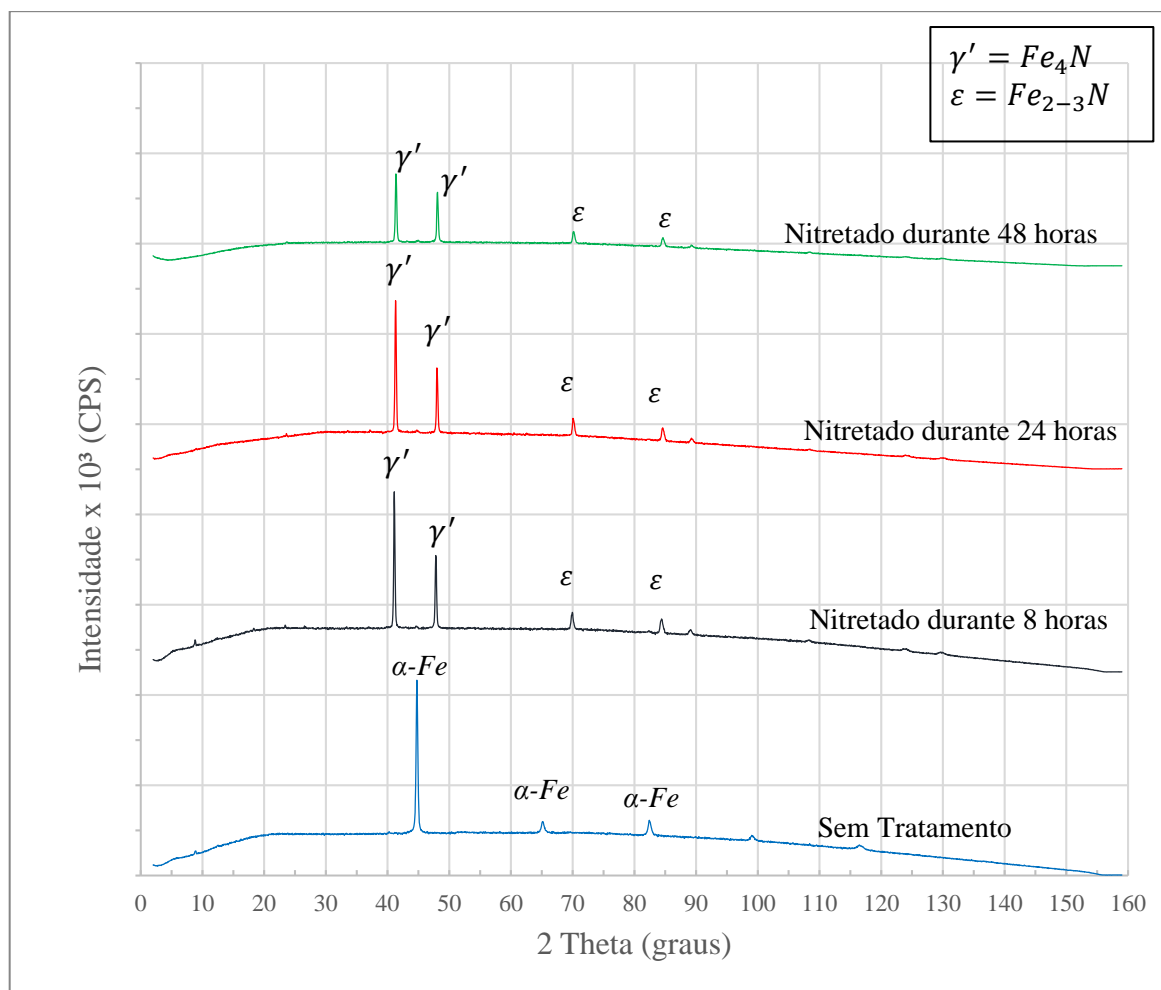


Figura 4.29: Comparação entre todos os espectros de DRX do aço sem tratamento e dos aços nitretados à plasma em cada caso citado.

Outros resultados de espectros semelhantes foram encontrados em outros trabalhos na literatura GONTIJO, *et al.*,(2001), WINCK,(2011) onde foram utilizados diferentes tipos de aços baixo carbono, inoxidáveis entre outros, onde são formados respectivamente os mesmos nitretos de Ferro, bem como outros nitretos de acordo com o elemento de liga que faz parte da composição química do material, em cada caso.

#### 4.6 DETERMINAÇÃO DE TENSÃO RESIDUAL POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

Na Figura 4.30 à Figura 4.33 são apresentados os respectivos resultados de tensões residuais obtidas da superfície das amostras. O procedimento adotado foi o mesmo para amostra do aço sem tratamento e do aço nitretado à plasma nos três casos 8 horas, 24 e 48 horas.

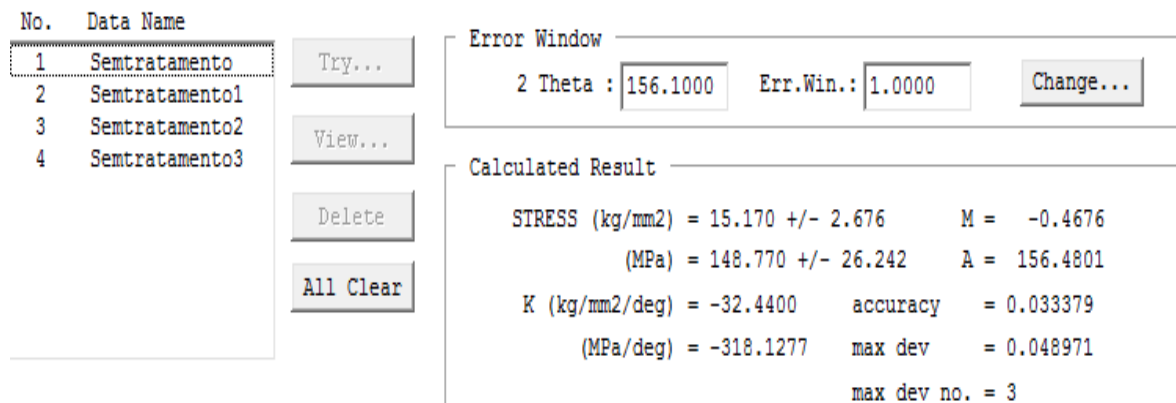


Figura 4.30: Medida de tensão residual na amostra do aço sem tratamento.

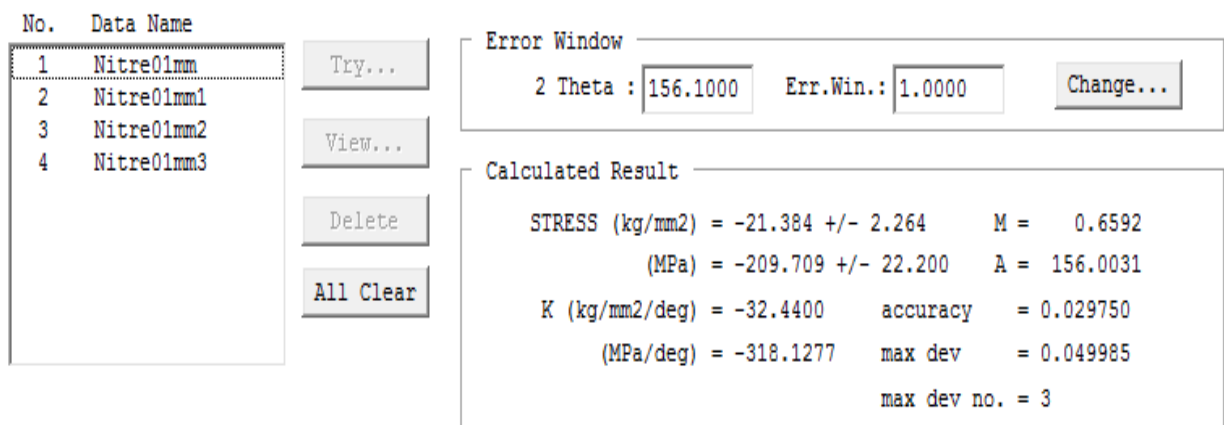


Figura 4.31: Medida de tensão residual na amostra do aço nitretado por 8 horas.

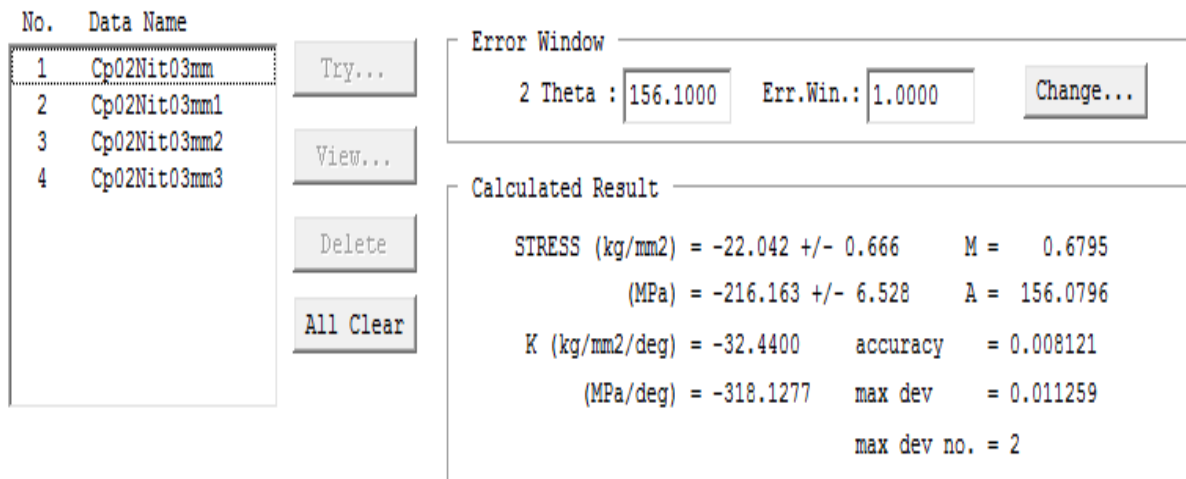


Figura 4.32: Medida de tensão residual na amostra do aço nitretado por 24 horas.

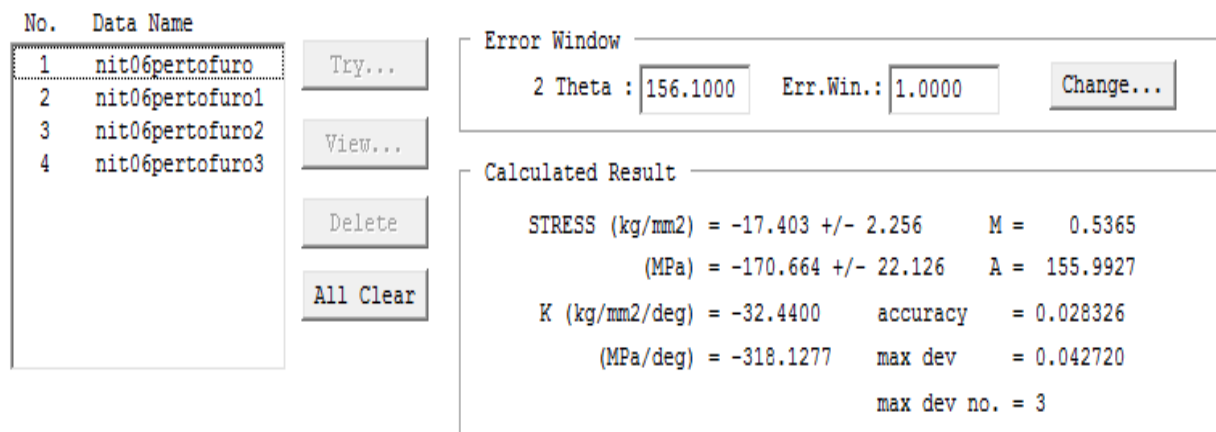


Figura 4.33: Medida de tensão residual na amostra do aço nitretado por 48 horas.

Na Tabela 4.3 são apresentadas as tensões residuais e desvio padrão, em MPa, obtidos para cada tipo de amostra, sem tratamento e com as camadas nitretadas.

Tabela 4.3: Tensões residuais e desvio padrão das amostras.

Tensões Residuais (MPa)			
Sem Tratamento	Nitretado por 8 horas	Nitretado por 24 horas	Nitretado por 48 horas
+148,77 ± 26,24	-209,70 ± 22,2	-216,16 ± 6,53	-170,66 ± 22,12

Na amostra sem tratamento observou-se valor de tensão residual trativa enquanto nas amostras que sofreram nitretação à plasma observa-se valores de tensões residuais compressivas. Estes valores nas amostras tratadas são em decorrência da formação dos nitretos de Ferro ( $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N e  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N) caracterizando estruturas cristalinas muito distintas do

substrato. Esses resultados indicam uma tendência de diferentes resultados, com maior tensão residual compressiva e com menor movimentação de discordâncias para a amostra de 24 horas se comparada qualitativamente com as demais amostras. Uma possível explicação para o fato de amostras tratadas por tempos menores apresentarem valores mais altos de tensões residuais seria que a formação de camadas mais finas gera um maior gradiente de dureza, o que provocaria tensões residuais mais altas do que para amostras onde a profundidade da camada é maior. Em tempos curtos ocorre a introdução de nitrogênio em uma fina camada, que pela presença de elementos intersticiais tende a expandir. Porém, com a restrição do substrato, podem ser geradas tensões residuais mais altas que para uma diminuição gradativa da quantidade de elementos intersticiais, como em camadas mais profundas. Resultados semelhantes com menores tempos obtendo maiores tensões residuais compressivas na superfície também foram encontrados em LEPIENSKI, NASCIMENTO, *et al.*,(2008).

#### 4.7 RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FADIGA

##### 4.7.1 Fadiga no aço API 5 L Grau B sem tratamento

A Tabela 4.4 apresenta número de ciclos alcançados para cada nível de tensão aplicado:

Tabela 4.4: Ciclos de vida em fadiga para o Aço API 5L Grau B sem tratamento.

Níveis de Tensão (MPa)	187,7	192,9	200,1	218,2
Número de ciclos	2,11E+06	1,16E+05	3,05E+05	3,94E+04
	1,00E+06	6,09E+05	1,66E+05	2,96E+04
	5,01E+05	3,33E+05	3,84E+05	2,96E+04
	5,52E+05	2,09E+05	3,87E+05	3,25E+04

De posse dos valores apresentados na Tabela 4.4 e os cálculos previstos na norma E739, para levantamento dos parâmetros de fadiga, pelo método dos mínimos quadrados, a curva *S-N* é então obtida na Figura 4.34.

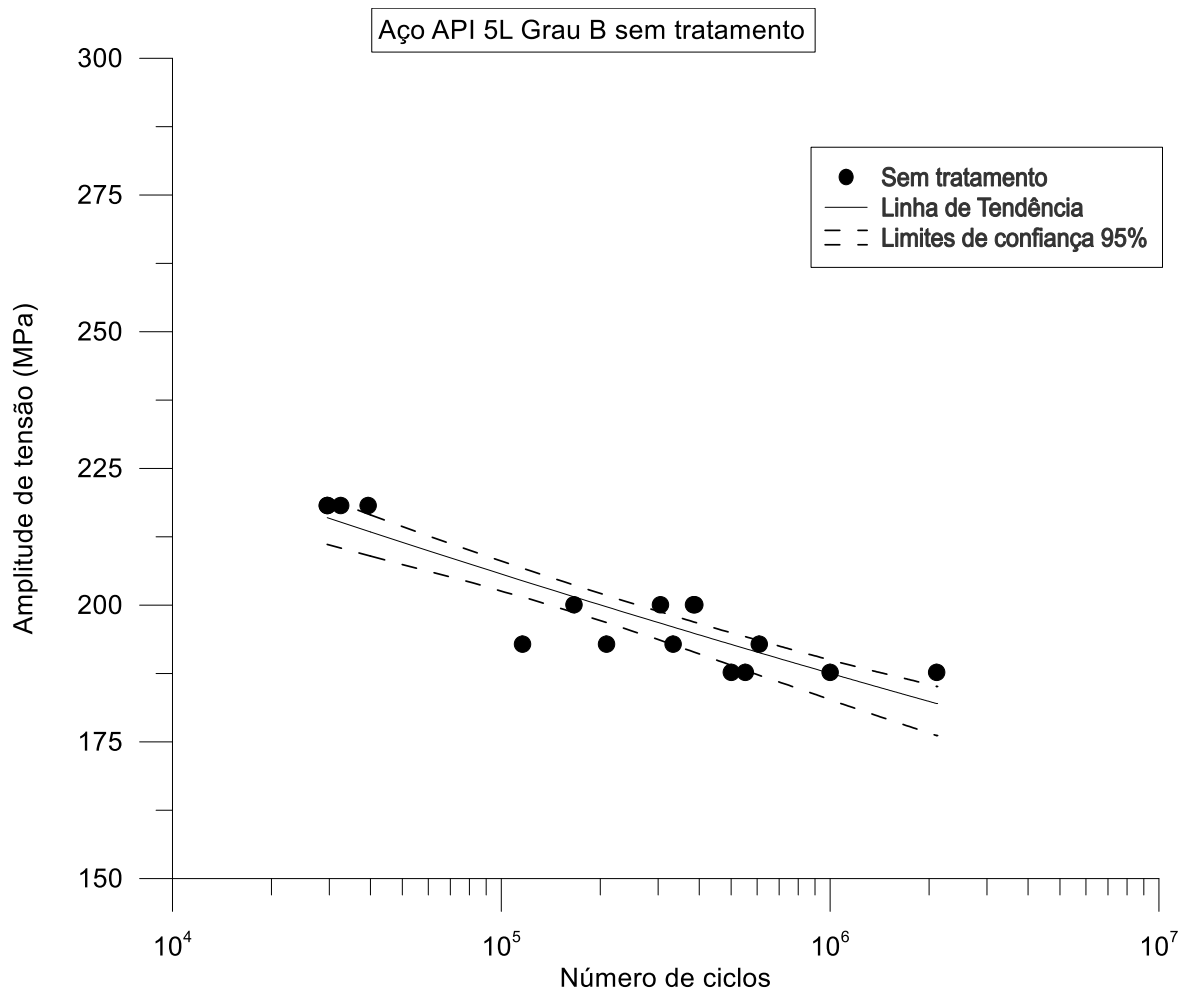


Figura 4.34: Curva S-N do Aço API 5L Grau B Sem tratamento.

Analisando a Tabela 4.5, 4.5 e utilizando os resultados dos parâmetros de fadiga apresentados na Tabela 4.6, foram feitas substituições desses parâmetros na equação de Basquin (2.13), para ciclos a partir de dez mil, seguindo para cem mil, um milhão e por fim dois milhões de ciclos, com isso foram obtidos os respectivos limites de fadiga e seus limites de confiança de 95%, os resultados são apresentados na Tabela 4.7.

Com os dados da Tabela 4.7 é possível fazer a leitura do comportamento estatístico das vidas de fadiga, os parâmetros de fadiga e os limites de fadiga para um nível de confiança de 95%, para cada nível de tensão:

Tabela 4.5: Comportamento Estatístico das Vidas de Fadiga do Aço Sem tratamento.

Tensão (MPa)	187,7	192,87	200,08	218,23
Média (ciclos)	1,04E+06	3,17E+05	3,11E+05	3,27E+04
Desvio Padrão	7,47E+05	2,14E+05	1,04E+05	4,60E+03
C.V. (%)	71,80	67,62	33,31	14,06



Os parâmetros de fadiga  $A$  e  $b$  foram obtidos utilizando a equação (2.13) de Basquin e são apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Parâmetros de fadiga com os respectivos limites de confiança de 95% do aço sem tratamento.

Parâmetros de Fadiga	Valores Estimados	Limites de Confiança	
		Inferior	Superior
$A$	326,46	320,04	333,02
$b$	-0,04	-0,041	-0,039

Tabela 4.7 - Limites de fadiga com os respectivos limites de confiança de 95% do Aço sem tratamento.

Número de ciclos	Tensão de Falha (MPa)	Limites de Confiança (MPa)	
		Inferior	Superior
1,0 E+05	206	200	213
1,0 E+06	188	182	194
2,0 E+06	183	177	189

#### 4.7.2 Fadiga no aço API 5 L Grau B nitretado durante 8 horas

A Tabela 4.8 apresenta os valores dos ciclos alcançados para cada nível de tensão aplicado:

Tabela 4.8: Ciclos de vida em fadiga para o Aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas.

Níveis de Tensão MPa)	218,23	233,86	244,25	259,84
Número de ciclos	1,00E+07	3,75E+06	1,71E+05	1,91E+05
	1,00E+07	2,64E+06	2,25E+05	1,26E+05
	1,00E+07	1,00E+07	4,25E+05	2,69E+05
	1,00E+07	1,00E+07	2,87E+05	1,91E+05

De posse dos valores apresentados na Tabela 4.8 a curva  $S-N$  foi obtida e é apresentada na Figura 4.35.

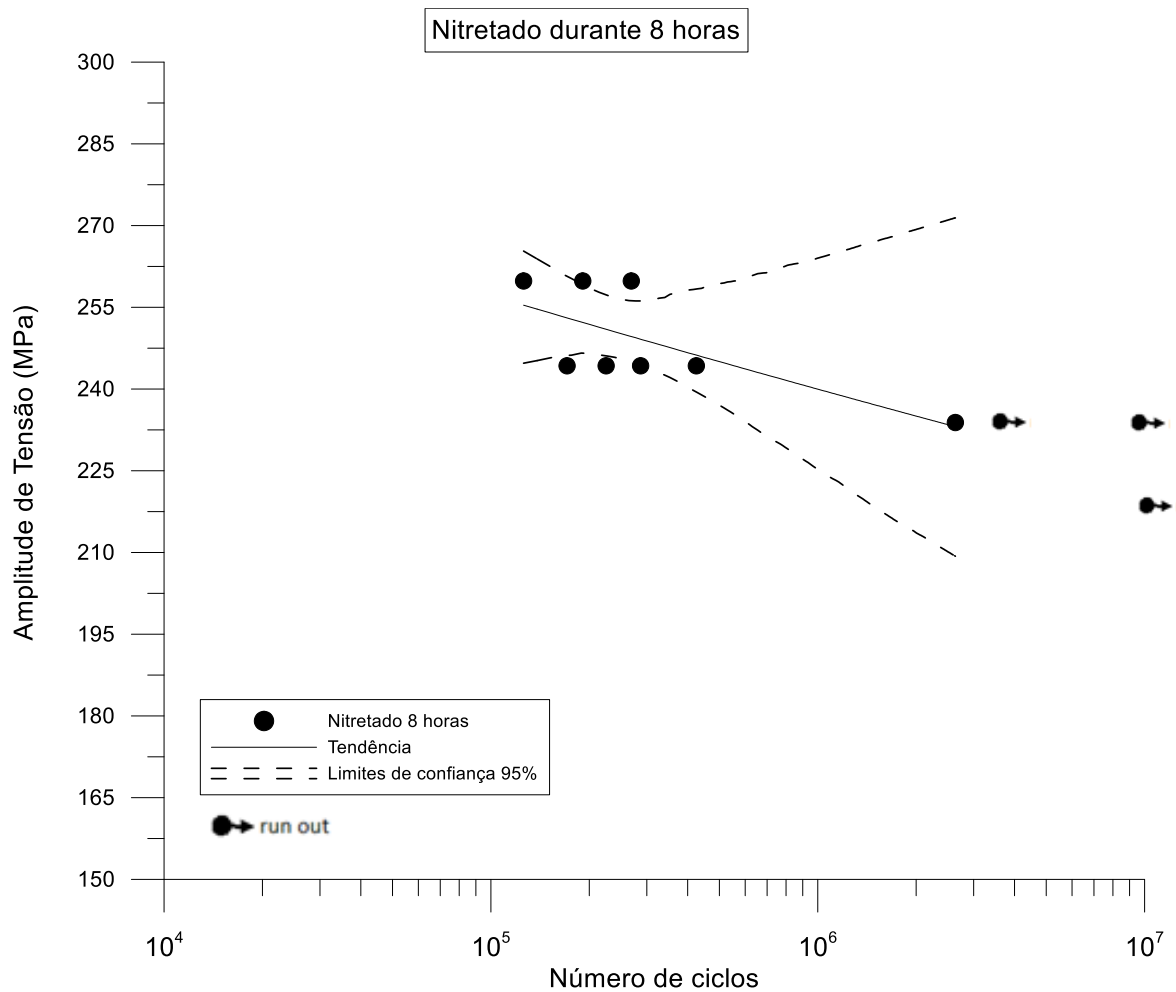


Figura 4.35: Curva S-N do Aço API 5L Grau B Nitretado durante 8 horas.

As Tabelas 4.8 e 4.9 apresentam os resultados do comportamento estatístico das vidas de fadiga do aço nitretado durante 8 horas.

Tabela 4.9: Comportamento estatístico das vidas de fadiga do aço nitretado durante 8 horas.

Tensão (MPa)	218,23	233,86	244,25	259,84
Média (ciclos)	1,00E+07	3,19E+06	2,77E+05	1,95E+05
Desvio Padrão	0,00E+00	7,87E+05	1,10E+05	7,15E+04
C.V. (%)	0,00	24,67	39,71	36,67

Tabela 4.10: Parâmetros de fadiga com os respectivos limites de confiança de 95% do aço nitretado durante 8 horas.

Parâmetros de Fadiga	Valores Estimados	Limites de Confiança	
		Inferior	Superior
<i>A</i>	363,39	357,59	369,19
<i>b</i>	-0,030	-0,037	-0,028

A Tabela 4.11 apresenta os limites de fadiga do aço nitretado durante 8 horas.

Tabela 4.11: Limites de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95% do aço nitretado durante 8 horas.

Nº de Ciclos	Tensão de Falha (MPa)	Limites de Confiança (MPa)	
		Inferior	Superior
1,0 E+05	257	233	264
1,0 E+06	240	214	247
2,0 E+06	235	209	242

#### 4.7.3 Fadiga no aço API 5 L Grau B nitretado durante 24 horas

A Tabela 4.12 contém os valores dos ciclos alcançados para cada nível de tensão aplicado:

Tabela 4.12: Ciclos de vida em fadiga do aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas.

Níveis de Tensão (MPa)	218,23	233,86	244,25	259,84
Número de ciclos	1,00E+07	7,49E+05	1,00E+07	1,99E+05
	1,00E+07	6,37E+05	7,10E+05	1,26E+05
	1,00E+07	1,00E+07	3,98E+05	3,39E+05
	1,00E+07	1,00E+07	2,25E+05	4,24E+05

A curva S-N referente ao aço nitretado durante 24 horas é apresentada na Figura 4.36 .

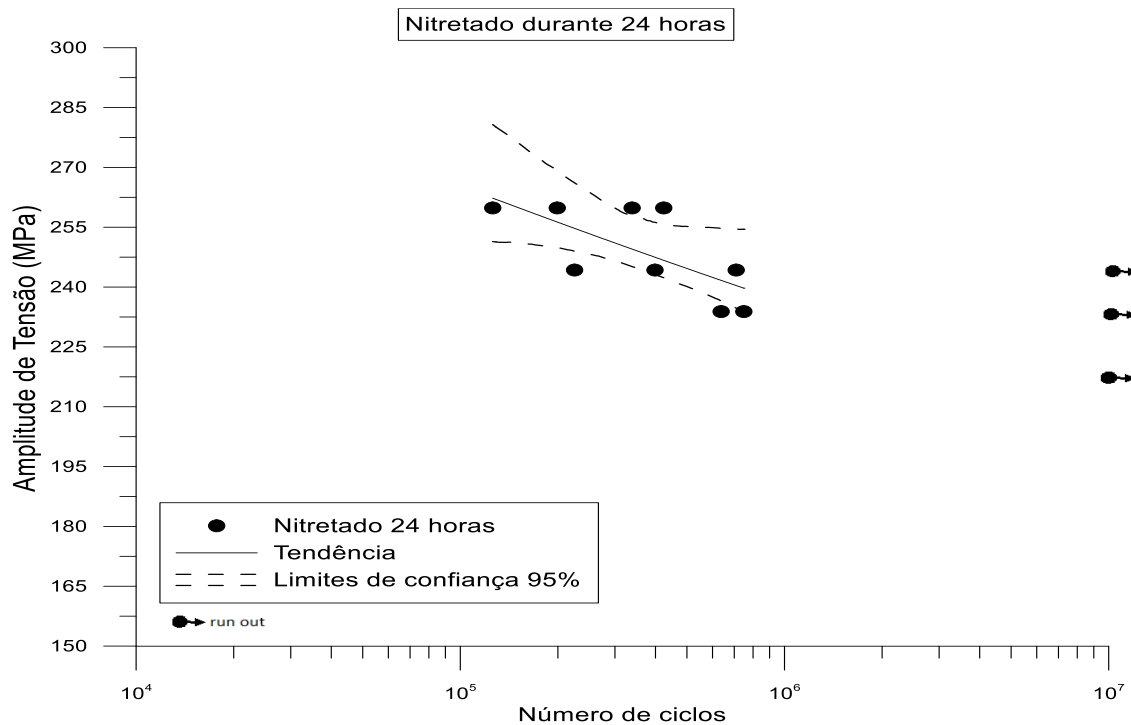


Figura 4.36: Curva S-N do Aço API 5L Grau B Nitretado durante 24 horas.

As tabelas 4.12 a 4.14 apresentam o comportamento estatístico das vidas de fadiga, dos parâmetros de fadiga e dos limites de fadiga do aço nitretado durante 24 horas.

Tabela 4.13: Comportamento estatístico das vidas de fadiga do aço nitretado durante 24 horas.

Tensão (MPa)	218,23	233,86	244,25	259,74
Média (ciclos)	1,00E+07	6,93E+05	4,44E+05	2,72E+05
Desvio Padrão	0,00E+00	7,89E+04	2,45E+05	1,34E+05
C.V. (%)	0,00	11,38	55,23	49,45

Tabela 4.14: Parâmetros de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95% do aço nitretado durante 24 horas.

Parâmetros de Fadiga	Valores Estimados	Limites de Confiança	
		Inferior	Superior
<i>A</i>	474,34	468,21	480,53
<i>b</i>	-0,05	-0,052	-0,493

Tabela 4.15: Limites de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95% do aço nitretado durante 24 horas.

N° de Ciclos	Tensão de Falha (MPa)	Limites de Confiança (MPa)	
		Inferior	Superior
1,0 E+05	267	257,30	272,41
1,0 E+06	238	228,27	243,18
2,0 E+06	230	220,18	235,01

#### 4.7.4 Fadiga no aço API 5 L Grau B nitretado durante 48 horas

A Tabela 4.16 contém os valores dos ciclos alcançados para cada nível de tensão aplicado ao aço nitretado durante 48 horas:

Tabela 4.16: Ciclos de vida em fadiga do aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas.

Níveis de Tensão (MPa)	253	261	269	274
Número de ciclos	1,00E+07	4,71E+06	1,05E+06	1,45E+05
	1,00E+07	1,09E+06	9,57E+05	1,53E+05
	1,00E+07	1,18E+06	4,35E+05	1,44E+05
	1,00E+07	9,89E+05	8,82E+05	1,79E+05

A curva S-N referente ao aço nitretado durante 48 horas é apresentada na Figura 4.37.

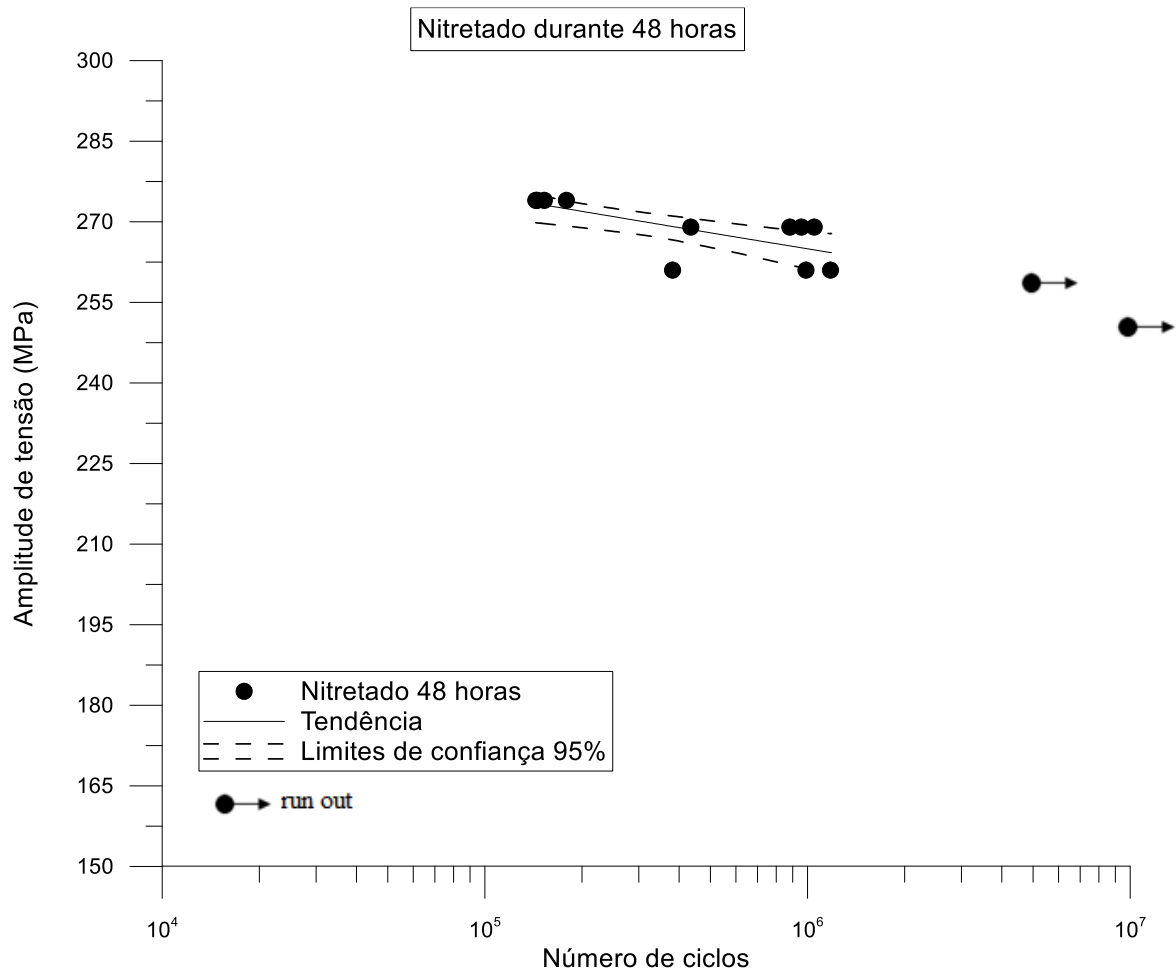


Figura 4.37: Curva S-N do Aço API 5L Grau B Nitretado durante 48 horas.

As tabelas 4.16 a 4.18 apresentam o comportamento estatístico das vidas de fadiga, dos parâmetros de fadiga e dos limites de fadiga do aço nitretado durante 48 horas.

Tabela 4.17 - Comportamento Estatístico das Vidas de Fadiga do Aço nitretado durante 48 horas.

Tensão (MPa)	253	261	269	274
Média (ciclos)	1,00E+07	1,08E+06	8,30E+05	1,55E+05
Desvio Padrão	0,00E+00	9,45E+04	2,73E+05	1,63E+04
C.V. (%)	0,00	9	33	10

Tabela 4.18: Parâmetros de Fadiga com os Respective Limites de Confiança de 95% do aço nitretado durante 48 horas.

Parâmetros de Fadiga	Valores Estimados	Limites de Confiança	
		Inferior	Superior
A	331,11	325,31	336,91
b	-0,016	-0,020	-0,015

Tabela 4.19: Limites de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95% do aço nitretado durante 48 horas.

Nº de Ciclos	Tensão de Falha (MPa)	Limites de Confiança (MPa)	
		Inferior	Superior
1,0 E+05	275,41	258,40	283,47
1,0 E+06	265,44	246,77	273,85
2,0 E+06	262,52	243,38	271,02

Na Figura 4.38 são apresentadas, num mesmo plano, todas as curvas S-N obtidas nos ensaios de fadiga do aço API 5L Grau B sem tratamento e nitretado à plasma durante 8, 24 e 48 horas. A Tabela 4.20 apresenta os resultados estatísticos das vidas de fadiga para todas as amostras, com e sem tratamento.

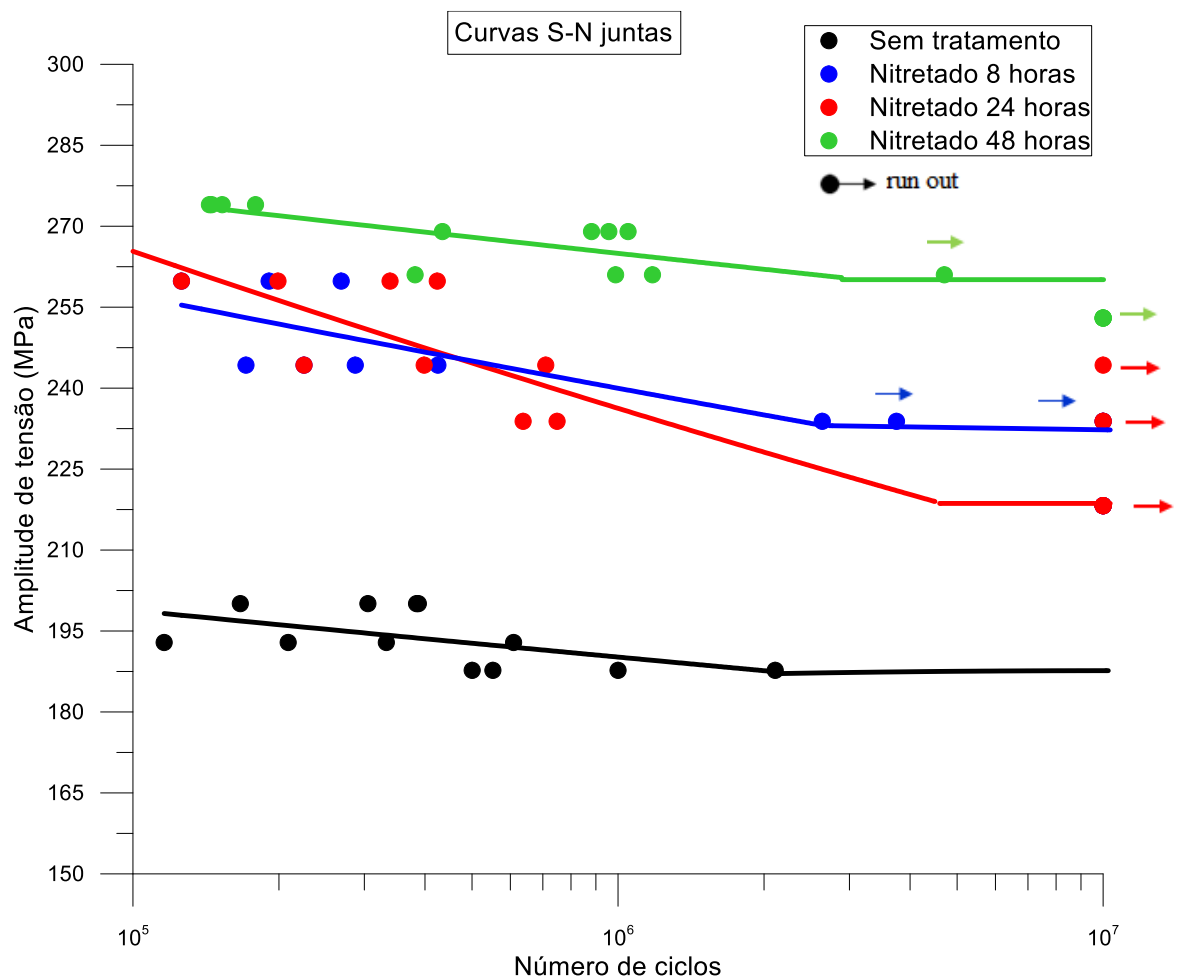


Figura 4.38: Curvas S-N aço API 5L Grau B sem tratamento e nitretado à plasma durante 8, 24 e 48 horas.

Tabela 4.20: Tensões de falha das vidas de fadiga do Aço API 5L Grau B com e sem tratamento de nitretação à plasma.

Número de ciclos	Tensões médias de falhas das vidas de fadiga do aço API 5 L Grau B (MPa)			
	Sem tratamento	Nitretado 8 horas	Nitretado 24 horas	Nitretado 48 horas
1,0 E+05	206	257	267	276
1,0 E+06	188	240	238	266
2,0 E+06	183	235	230	263
Média	193,55 +- 4,02	238,40 +- 8,28	239,05 +-9,75	266,25 +- 4,17

Os resultados dos ensaios de fadiga apresentados na Figura 4.39 e Tabela 4.20 permitem estabelecer e visualizar os limites de fadiga do aço API 5L Grau B para cada tipo de corpo de prova sem tratamento e nitretados à plasma. Os resultados dos limites de fadiga obtidos são apresentados na Figura 4.39 com respectivos desvios.

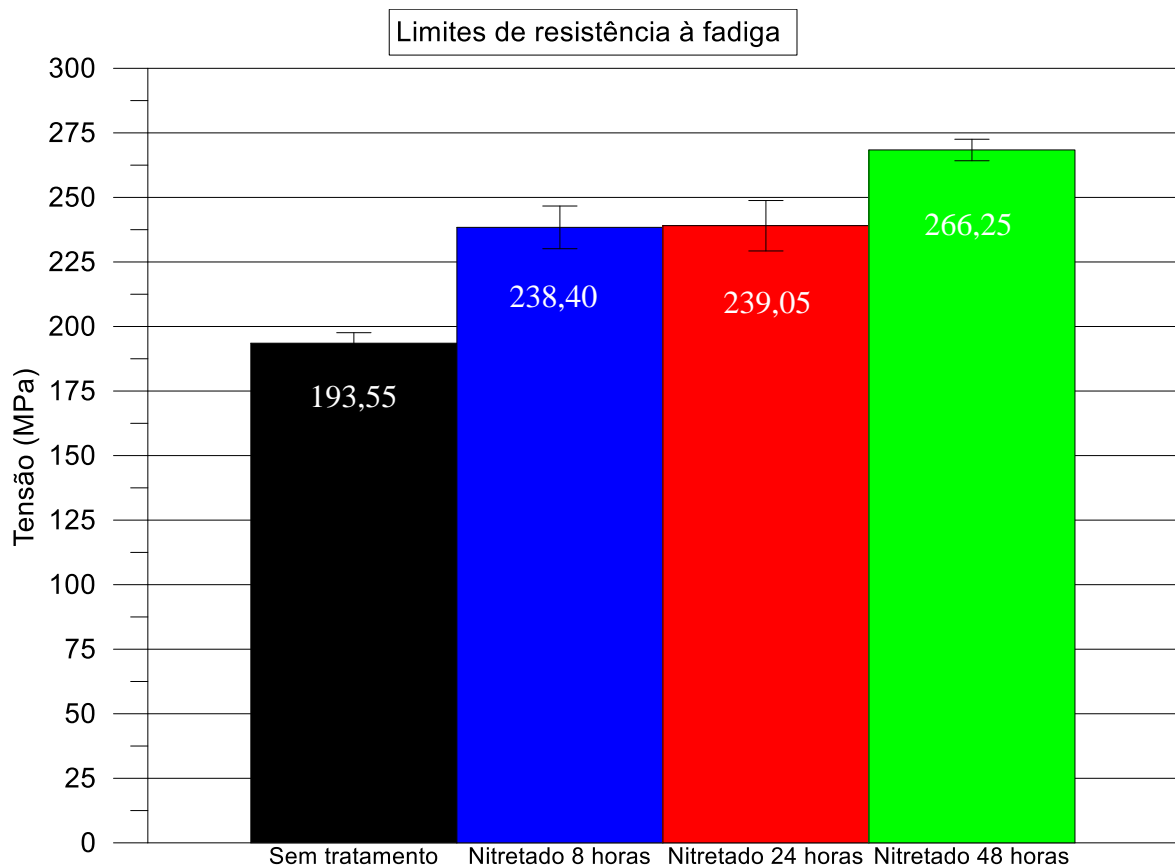


Figura 4.39: Limites de resistência à fadiga

Os valores do limite de resistência à fadiga para os corpos de provas sem tratamento e nitretados à plasma, em cada caso, apresentaram diferenças, sendo que a diferença entre o aço nitretado durante 8 e 24 horas ficaram dentro do desvio padrão. Porém,

para os corpos de provas nitretados por 48 horas ocorreu uma diferença entre os limites de fadiga, sendo que nesse caso aço apresentou o maior valor 266 MPa, valor obtido pela média aritmética dos níveis de tensão utilizados nesse ensaio.

Para os resultados do limite de resistência à fadiga do aço nitretado à plasma, em cada caso, comparados ao aço sem tratamento é possível avaliar que o aço nitretado durante 8 e 24 horas apresentou aumento na faixa de 24 %, sobre o limite de resistência à fadiga, e o nitretado durante 48 horas obteve aumento na faixa de 40 %. O aço nitretado por 48 horas também apresentou o melhor ajuste da curva de tendência com limites de confiança mais estreitos e pontos menos dispersos, indicando que para esse tempo de nitretação houve melhor ajuste para o número de ciclo avaliados. É possível analisar que os aços nitretados à plasma apresentaram aumentos no limite de resistência à fadiga comparados ao aço sem tratamento, provavelmente esses aumentos podem estar relacionados aos aumentos de tensões residuais compressivas, as quais se contrapõem às tensões trativas, fazendo com que o processo de nucleação de trinca na superfície fosse retardado. Outro motivo para essas diferenças pode ser atribuído ao aumento na microdureza superficial causado pelo processo de nitretação a plasma. Observa-se também pela Figura 4.39 e pela Tabela 4.20, mesmo com a redução da vida em fadiga, que em todas as faixas analisadas de dez mil a dois milhões de ciclos, existe aumento das tensões de falha do material nitretado à plasma.

#### **4.8 RESULTADOS DOS ENSAIOS DE PROPAGAÇÃO DE TRINCA**

Foram obtidos o valor limiar do fator de intensidade de tensões delta K threshold ( $\Delta K_{th}$ ) e a curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$ . Esses resultados foram obtidos a partir do *software Fracture Toughness TestWare* utilizado pela MTS. Em cada caso são apresentadas as curvas completas, curva na região II e em seguida na região I de propagação. Os resultados foram obtidos considerando intervalos amostrais de crescimento das trincas,  $\Delta a$ , iguais 0,25 mm, método polinomial incremental com  $n = 2$  para a estimativa da taxa de propagação da trinca e critério de aceitação de dados experimentais dentro de um intervalo de confiança de 95%.



#### 4.8.1 Ensaios de propagação de trincas no aço API 5 L Grau B sem tratamento

Na Figura 4.40 é apresentada, sob a forma de diagrama de dispersão, a curva completa  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  do aço API 5 L Grau B sem tratamento.

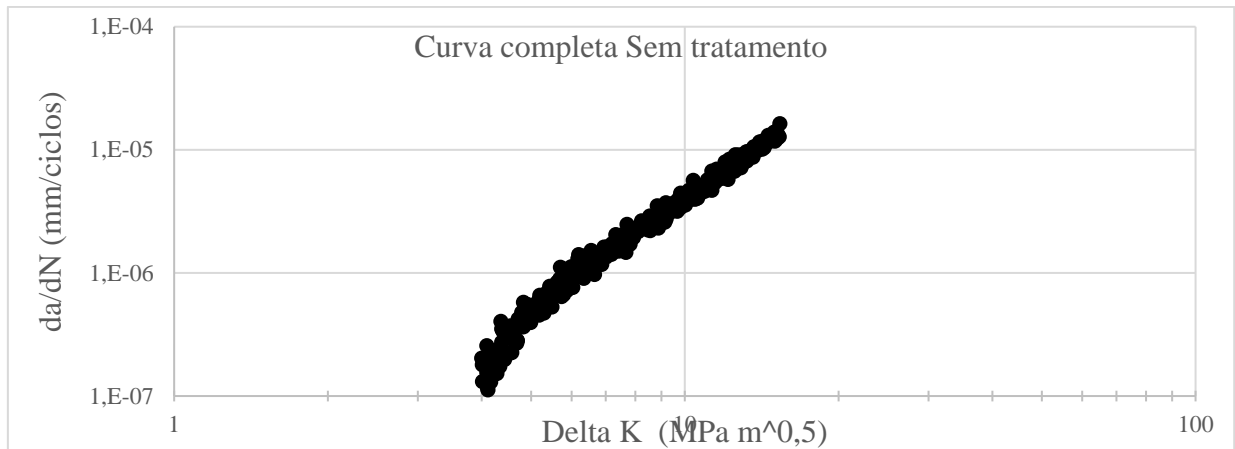


Figura 4.40: Curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  experimental completa para o aço API 5 L grau B sem tratamento.

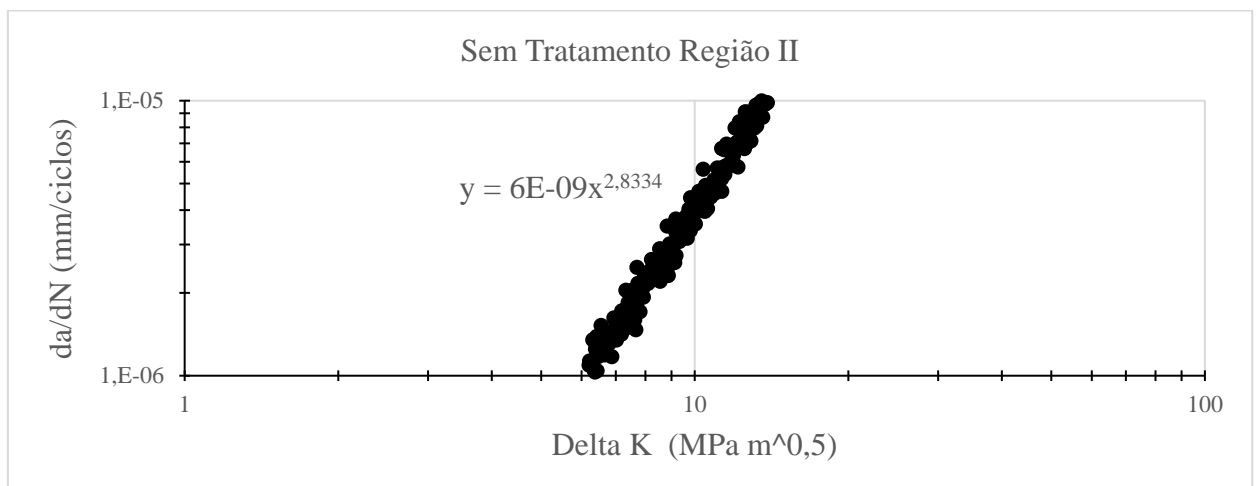


Figura 4.41: Curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  região II do aço API 5L Grau B sem tratamento.

A leitura dos resultados apresentados na Figura 4.41 permite verificar que a curva obtida segue o comportamento esperado para a região II da curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$ , conforme discutido na seção 2.4.8. A Tabela 4.21 fornece os parâmetros da equação de Paris obtidos a partir da curva de tendência da Figura 4.41.

Tabela 4.21: Parâmetros experimentais de crescimento de trinca para o aço API 5L Grau B sem tratamento.

Parâmetros da equação de Paris	
$C$	$m$
6E-09	2,8055

O valor obtido para o limiar de propagação de trincas por fadiga  $\Delta K_{th}$  para o aço API 5L grau B sem tratamento ficou em  $3,45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  conforme ilustra a tendência da curva apresentada na Figura 4.42.

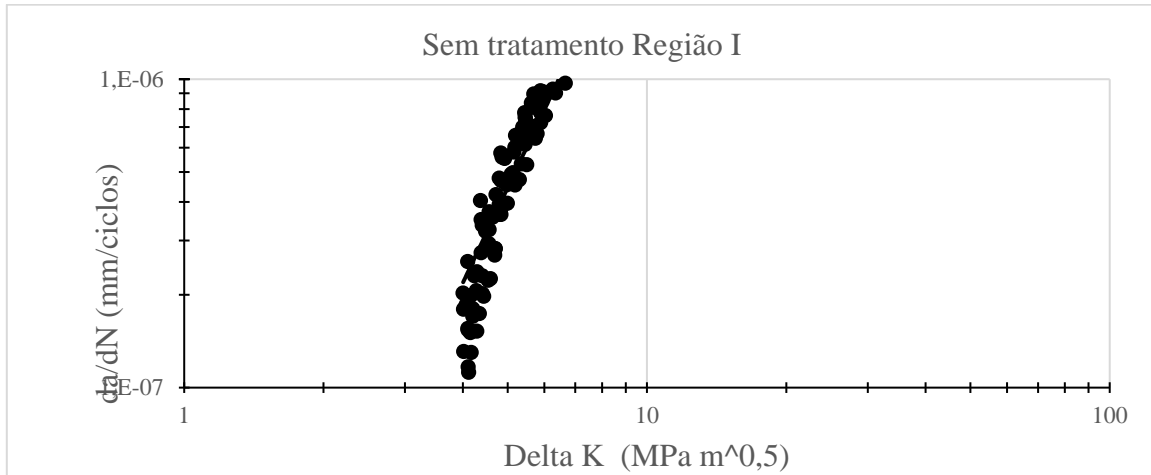


Figura 4.42: Curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  para obtenção do  $\Delta K_{th}$  do aço API 5 L grau B sem tratamento.

#### 4.8.2 Ensaios de propagação de trincas no aço API 5 L Grau B nitretado durante 8 horas

Na Figura 4.43 é apresentada curva completa  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  referente ao aço API 5 L Grau B nitretado durante 8 horas.

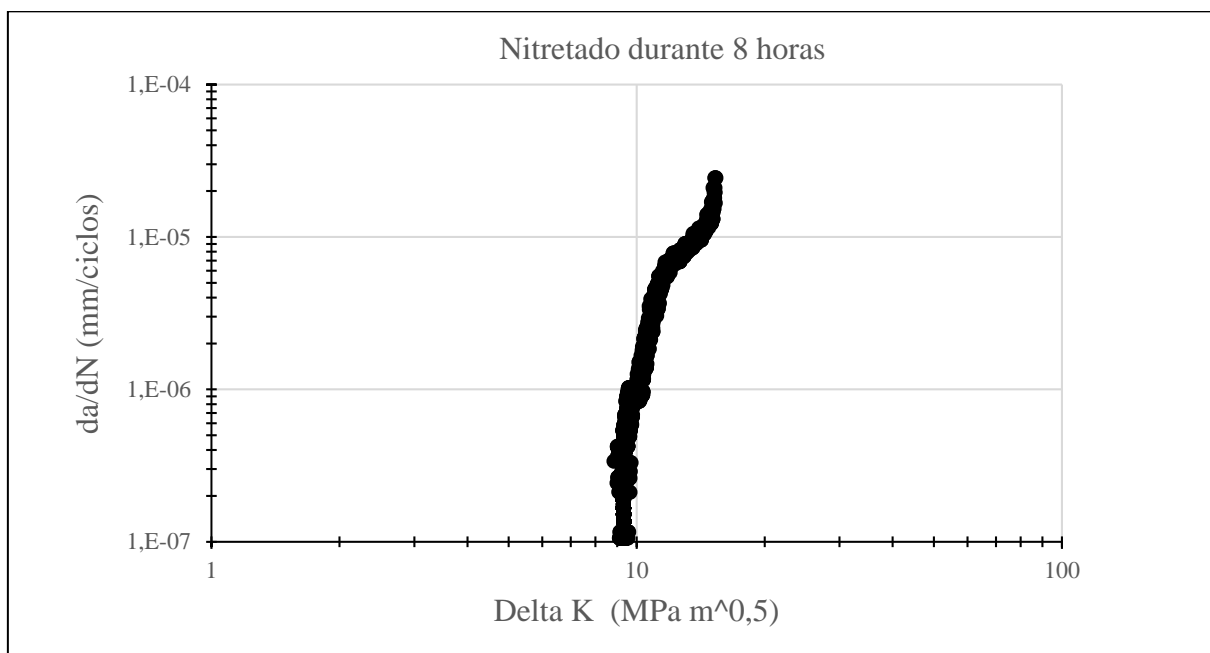


Figura 4.43: Curva da/dN em função de  $\Delta K$  experimental completa para o aço nitretado durante 8 horas.

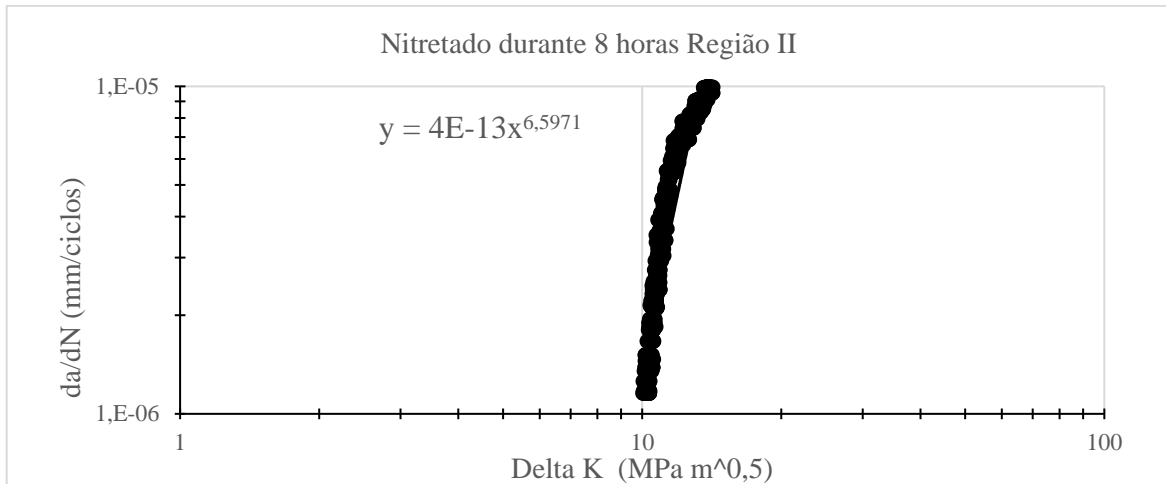


Figura 4.44: Curva da/dN em função de  $\Delta K$  região II do aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas.

A Tabela 4.22 apresenta os parâmetros da equação de Paris obtidos a partir da curva mostrada na Figura 4.44.

Tabela 4.22: Parâmetros experimentais de crescimento de trinca, aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas.

Parâmetros da equação de Paris	
$C$	$m$
4E-13	6,5971

O valor obtido para o limiar de propagação de trincas por fadiga  $\Delta K_{th}$  para o aço API 5L grau B nitretado durante 8 horas ficou em  $9,15 \text{ MPa}\sqrt{m}$  conforme ilustra a tendência da curva apresentada na Figura 4.45.

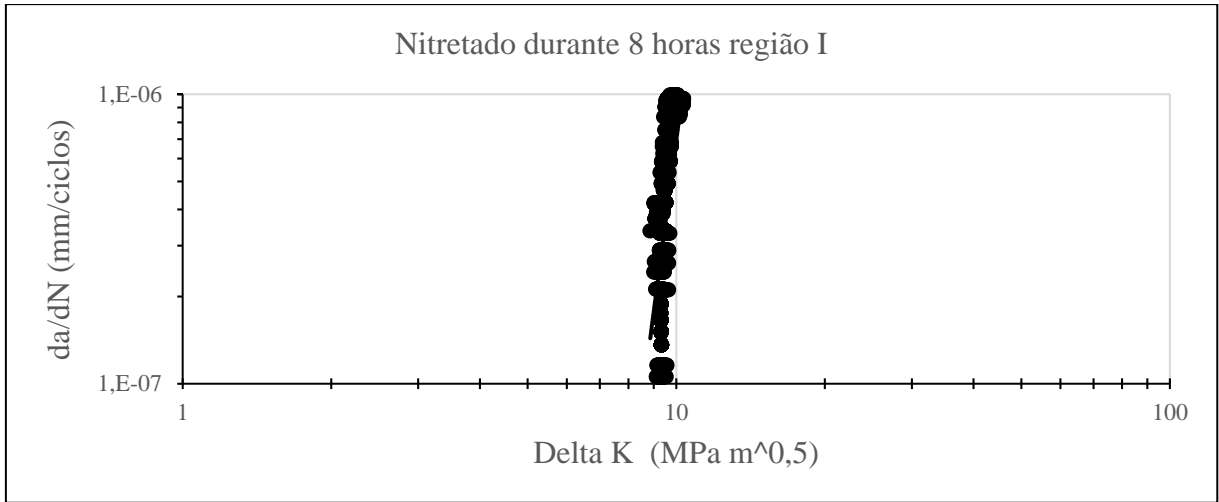


Figura 4.45: Curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  para obtenção do  $\Delta K_{th}$  do aço API 5 L grau B nitretado durante 8 horas.

#### 4.8.3 Ensaios de propagação de trincas no aço API 5 L Grau B nitretado durante 24 horas

Na Figura 4.46, é apresentada a curva completa  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  referente ao aço API 5L Grau B que recebeu tratamento por nitretação à plasma durante 24 horas.

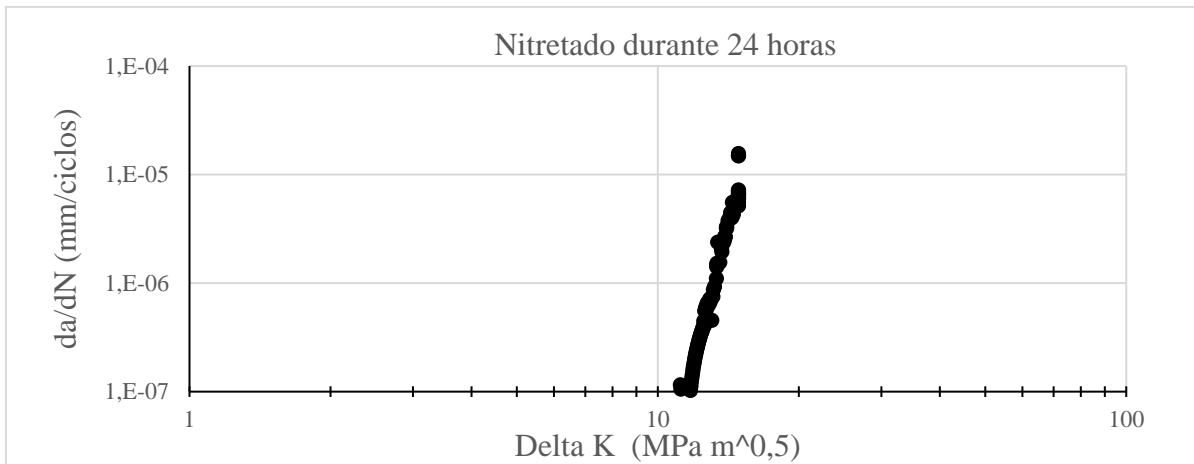


Figura 4.46: Curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  experimental completa para o aço API 5L grau B nitretado durante 24 horas.

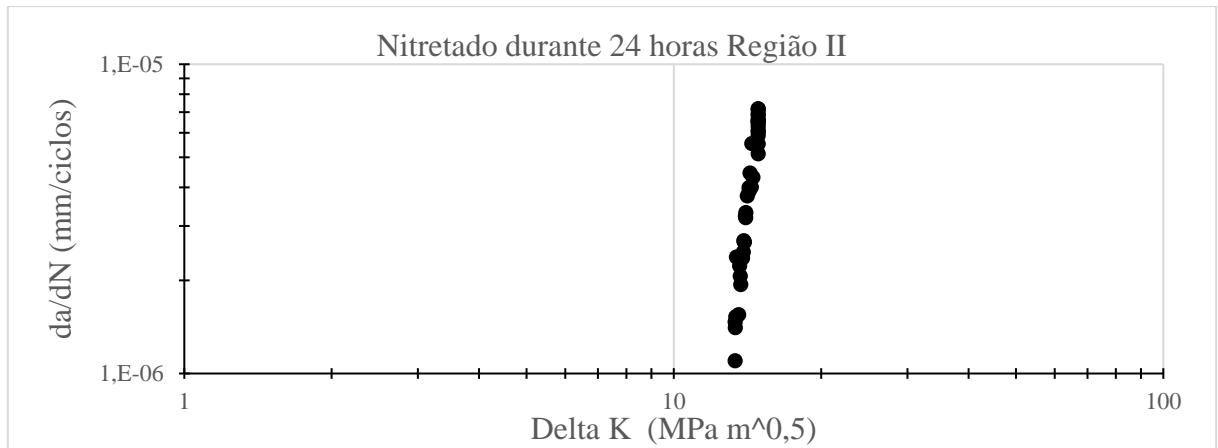


Figura 4.47: Curva da/dN em função de  $\Delta K$  região II do aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas.

A Tabela 4.23 apresenta os parâmetros da equação de Paris obtidos a partir da curva mostrada na Figura 4.47.

Tabela 4.23: Parâmetros experimentais de crescimento de trinca para o aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas.

Parâmetros da equação de Paris	
$C$	$m$
9E-31	2,1429

O valor obtido para o limiar de propagação de trincas por fadiga  $\Delta K_{th}$  para o aço API 5L grau B nitretado durante 24 horas ficou em  $12,92 \text{ MPa}\sqrt{m}$  conforme ilustrado na Figura 4.48.

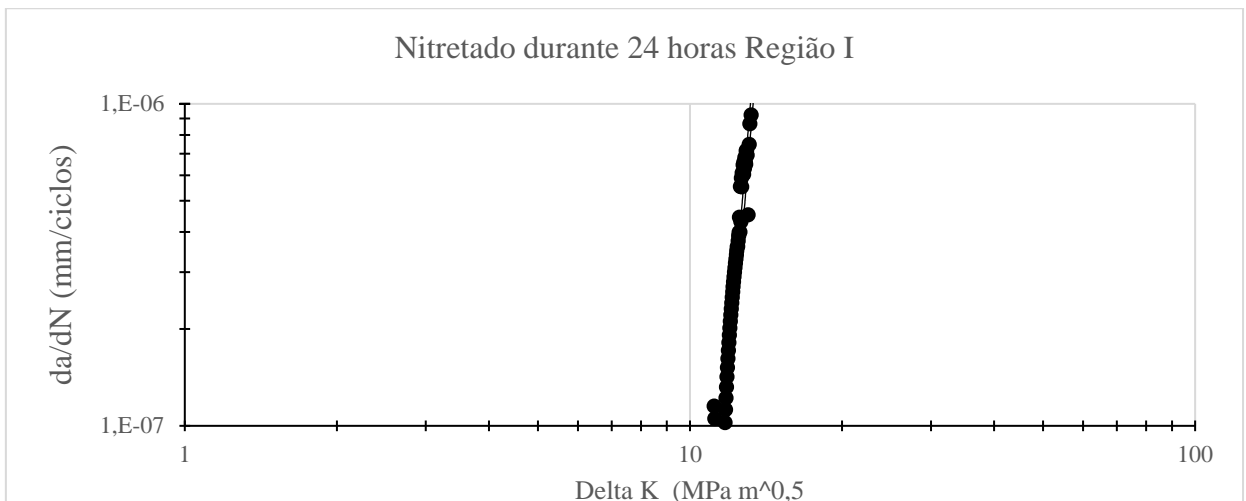


Figura 4.48: Curva da/dN em função de  $\Delta K$  para obtenção do  $\Delta K_{th}$  do aço API 5 L grau B nitretado durante 24 horas.

#### 4.8.4 Ensaios de propagação de trincas no aço API 5 L Grau B nitretado durante 48 horas

Na Figura 4.49, é apresentada, sob a forma de diagrama de dispersão, a curva completa  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  do aço API 5 L Grau B que recebeu tratamento por nitretação à plasma durante 48 horas.

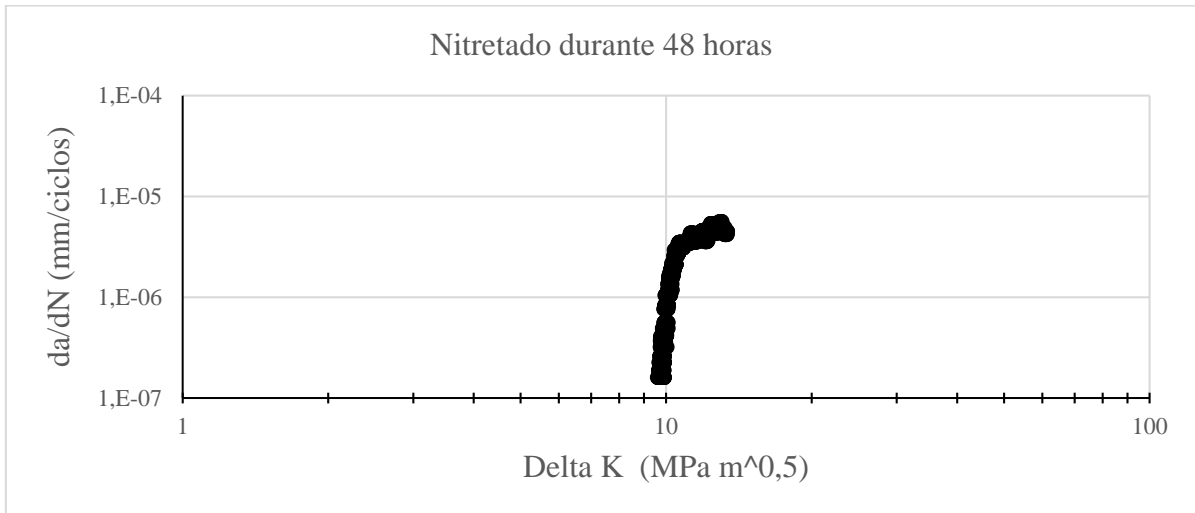


Figura 4.49: Curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  experimental completa para o aço API 5L grau B nitretado durante 48 horas.

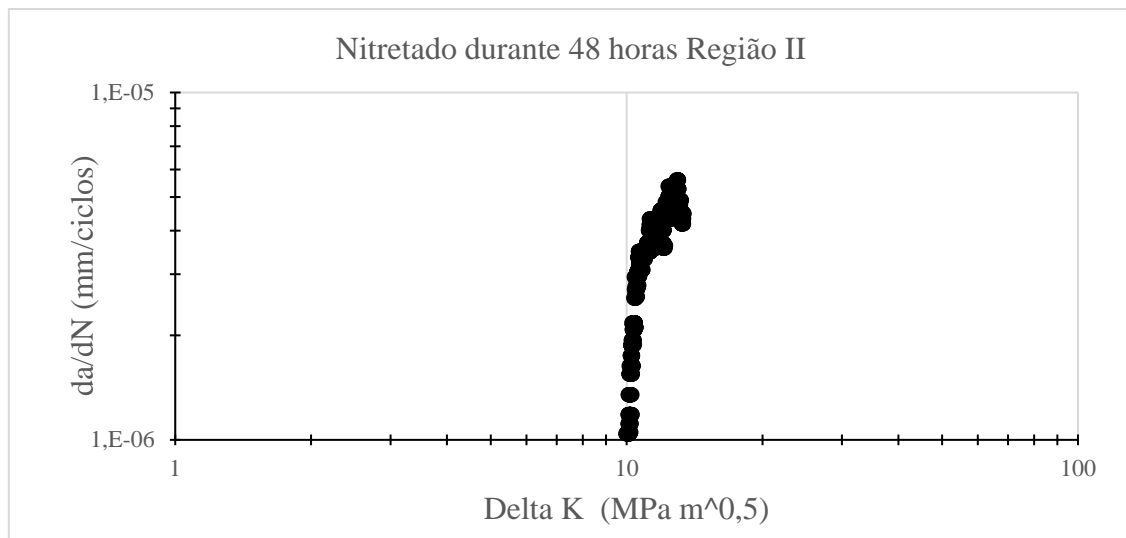


Figura 4.50: Curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  região II do aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas.

A Tabela 4.24 apresenta os parâmetros da equação de Paris obtidos a partir da curva mostrada na Figura 4.50.

Tabela 4.24: Parâmetros experimentais de crescimento de trinca para o aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas.

Parâmetros da equação de Paris	
$C$	$m$
2E-11	5,0084

O valor obtido para o limiar de propagação de trincas por fadiga  $\Delta K_{th}$  para o aço API 5L grau B nitretado durante 48 horas ficou em  $9,89 \text{ MPa}\sqrt{m}$  conforme ilustrado Figura 4.51.

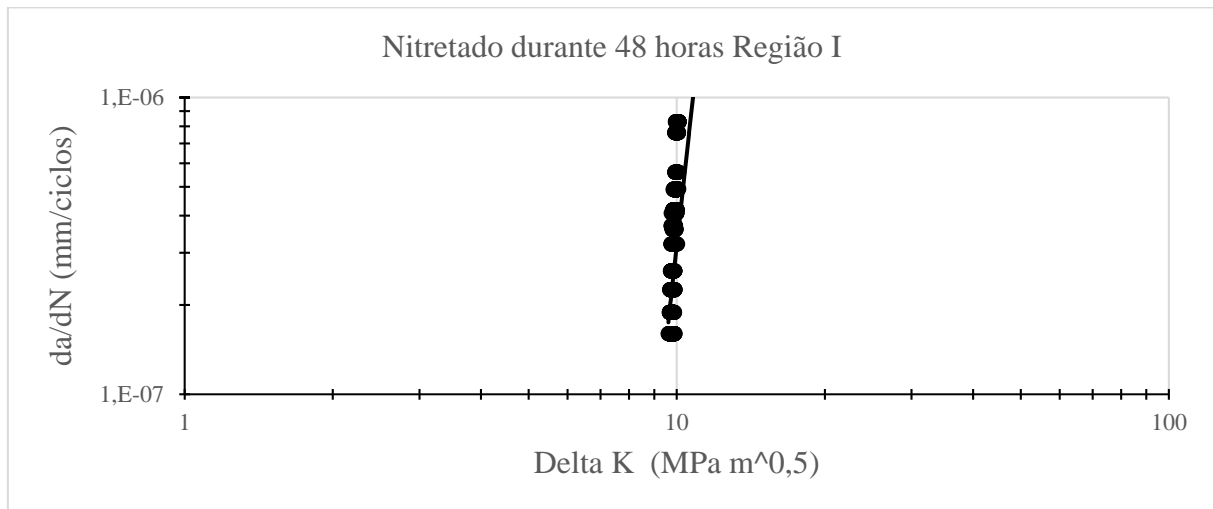


Figura 4.51: Curva da/dN em função de  $\Delta K$  para obtenção do  $\Delta K_{th}$  do aço API 5 L grau B nitretado durante 48 horas.

A Tabela 4.25 apresenta todos os valores das estimativas dos coeficientes  $C$  e  $m$  da Equação de Paris para um incremento de crescimento de trinca,  $\Delta a$ , de  $0,25 \text{ mm}$  e um intervalo de confiança de 95%. Os coeficientes foram obtidos a partir da equação da reta de tendência em cada caso apresentado.

Tabela 4.25: Coeficientes da Equação de Paris região II ( $\Delta a = 0,25 \text{ mm}$ ).

Parâmetros da equação de Paris		
	$C$	$m$
Sem tratamento	6E-09	2,8055
Nitretado durante 8 horas	4E-13	6,5971
Nitretado durante 24 horas	9E-31	2,1429
Nitretado durante 48 horas	2E-11	5,0084

## 4.9 COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE PROPAGAÇÃO DE TRINCA

### 4.9.1 Comparação entre os resultados, na região I (limiar de propagação), do aço sem tratamento e dos aços nitretados durante 8, 24 e 48 horas

Nas figuras a partir da Figura 4.52 à Figura 4.54, estão apresentadas as curvas  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  do aço nitretado durante 8, 24 e 48 horas e sem tratamento, respectivamente. Essas figuras representam a região I da curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$ , ou seja, na região limiar de propagação da trinca em que as taxas de crescimento são inferiores a  $10^{-6}$  mm/ciclo. Quando a taxa de crescimento de trinca assume esses valores, a curva passa a assumir um comportamento assintótico, possibilitando a determinação do fator intensidade de tensões,  $\Delta K_{th}$ .

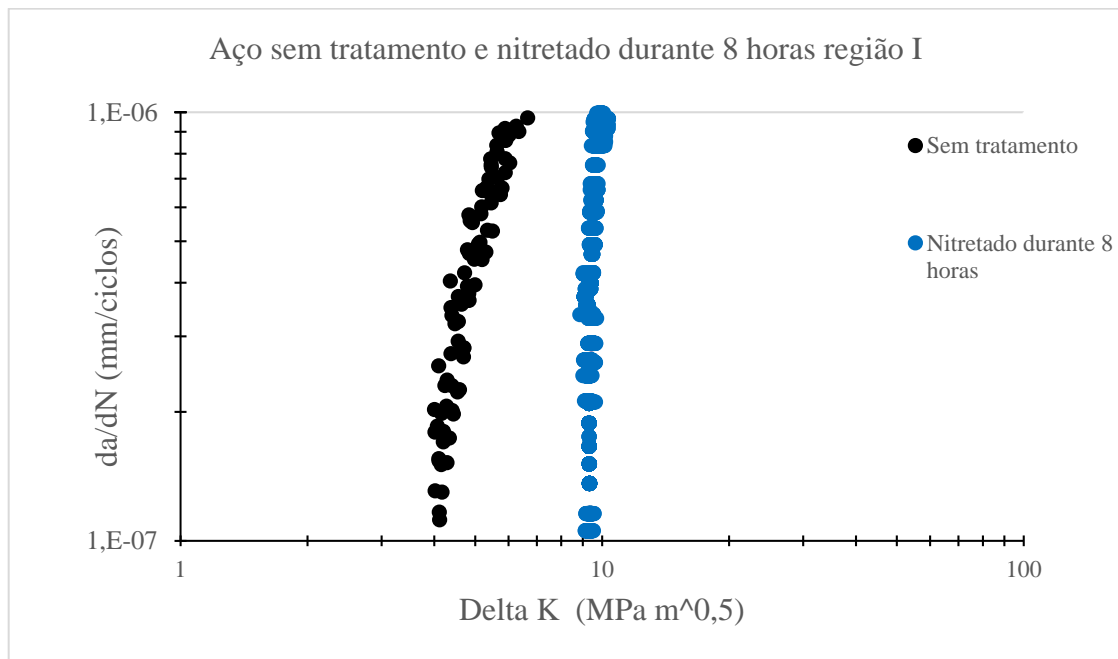


Figura 4.52: Curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  no Limiar de Propagação para o aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas e sem tratamento.



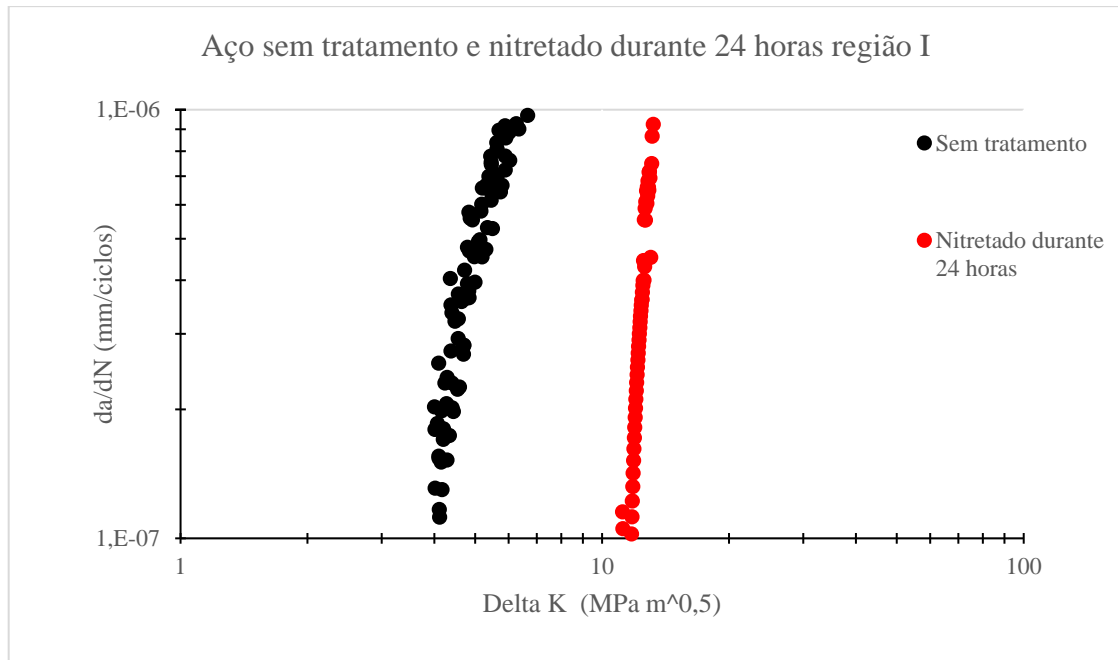


Figura 4.53: Curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  no Limiar de Propagação para o aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas e sem tratamento.

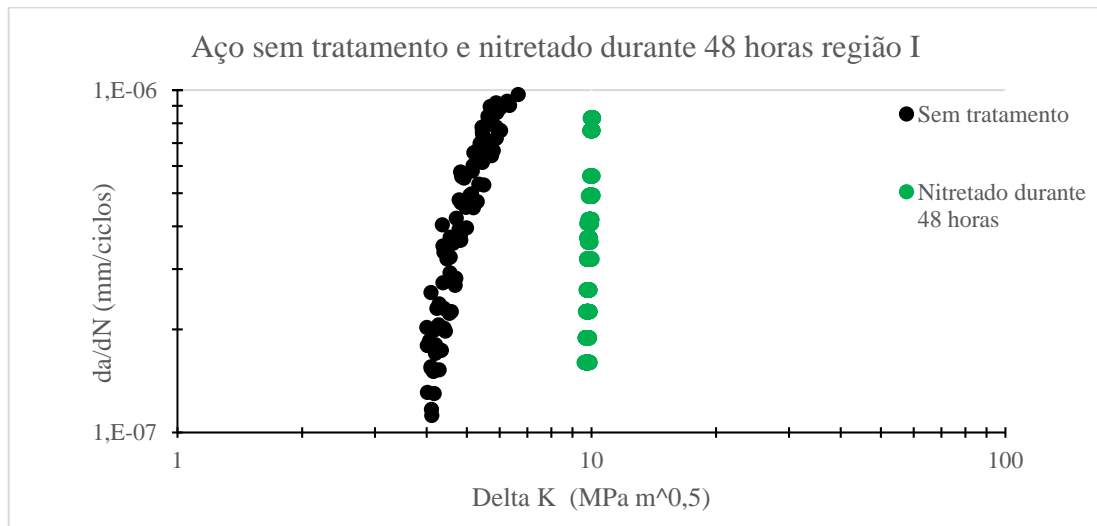


Figura 4.54: Curva  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  no Limiar de Propagação para o aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas e sem tratamento.

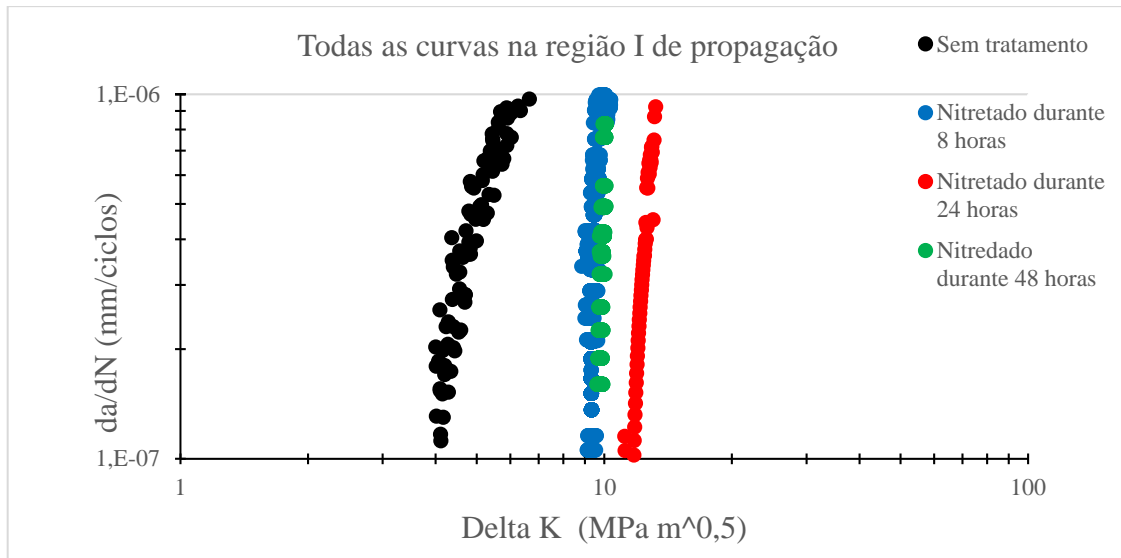


Figura 4.55: Curvas na região I de propagação de trincas, aço API 5L Grau B sem tratamento e nitretado à plasma.

A partir da Figura 4.55 é possível avaliar que o processo de nitretação à plasma influenciou no posicionamento das curvas nessa região aumentando o valor do limiar de propagação. Nota-se também vários espaços vazios nas curvas nitretadas, sendo mais evidente na curva nitretada durante 48 horas. Uma explicação é de que no processo de nitretação foram geradas tensões residuais compressivas as quais se contrapõem as tensões trativas contribuindo para retardar a nucleação e a propagação. Nota-se uma mudança no formato da curva com ligeira inclinação, o que pode ser explicado pela formação de nitretos na camada de compostos e no substrato o que dificulta a propagação de trincas, já que nessa fase a microestrutura tem grande influência sobre a propagação, além de introdução de tensões residuais compressivas o que pode ter gerado sobrecargas, durante os ensaios, sendo que um dos efeitos de aplicação de sobrecarga é a variação da taxa de propagação. A presença de nitretos influencia para redução dos valores de inclinação da curva, pois impedem, desviam ou dificultam o avanço dessas trincas.

Após o tratamento desses resultados experimentais, foram obtidas as estimativas para os valores de  $\Delta K_{th}$ , segundo a metodologia apresentada na norma ASTM E 647. Tais resultados são apresentados na Tabela 4.26 Tabela 4.26: Resultados do limiar de propagação. com seus limites de incerteza e na Figura 4.56.

Tabela 4.26: Resultados do limiar de propagação.

Limiar de propagação (MPa)				
	Sem tratamento	Nitretado 8 horas	Nitretado 24 horas	Nitretado 48 horas
Limiar	3,45 +- 0,3	9,15 +- 0,51	12,92 +- 0,83	9,89 +- 0,58

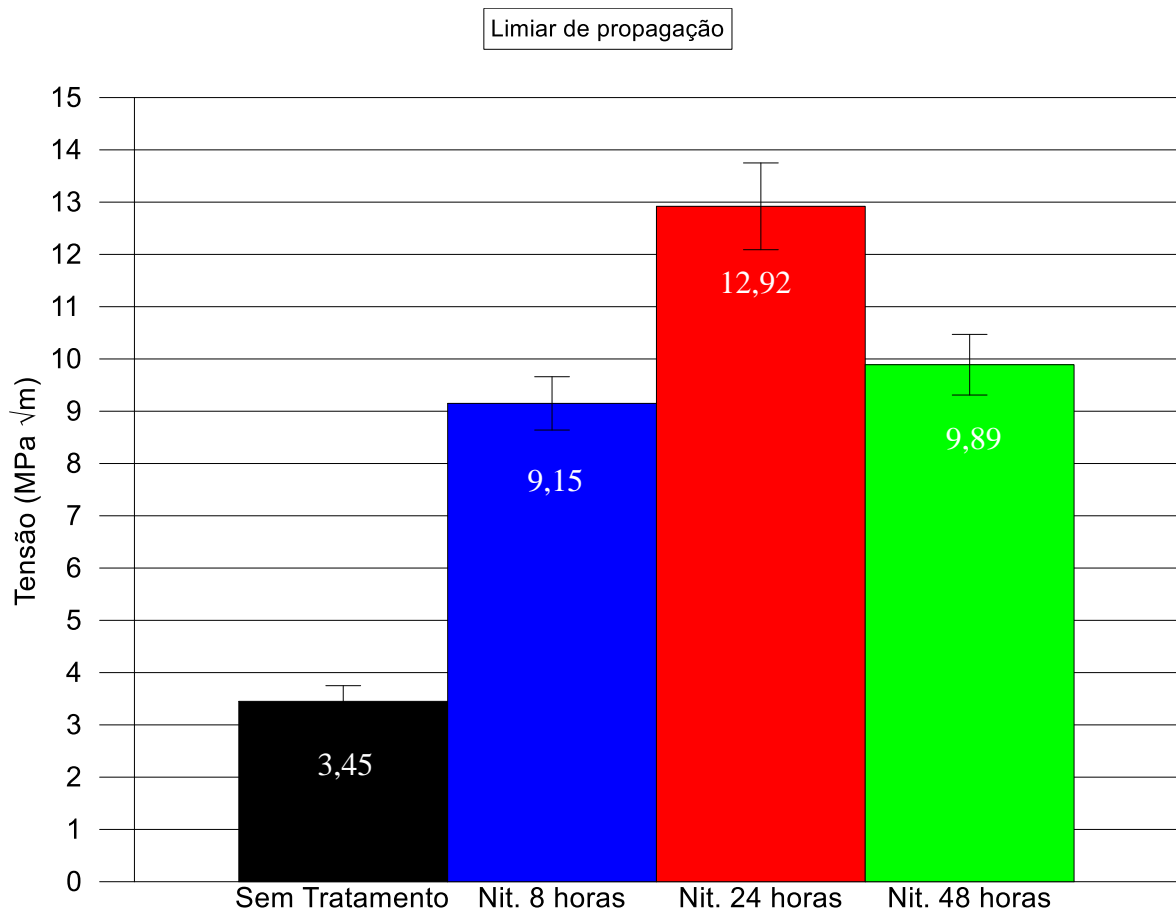


Figura 4.56: Valores Estimados para o Fator Intensidade de Tensões Limiar ( $\Delta K_{th}$ ) para o aço API 5L Grau B nitretado à plasma e sem tratamento.

Com base nos resultados apresentados a partir da Figura 4.52 à Figura 4.56 onde são apresentados os resultados do limiar de propagação em cada caso, é possível avaliar, a partir dos resultados experimentais, que o valor de  $\Delta K_{th}$ , aumentou após a nitretação à plasma nos três casos avaliados. A Tabela 4.27 apresenta esses aumentos percentuais.

Tabela 4.27: Aumentos percentuais no valor do limiar do aço nitretado comparado ao aço sem tratamento.

Aumentos no valor do limiar (%)		
Nitretado 8 horas	Nitretado 24 horas	Nitretado 48 horas
165	275	187

Esses aumentos no valor do fator de intensidade de tensões,  $\Delta K_{th}$ , do aço API 5L Grau B após a nitretação à plasma sugere que o tratamento fez com que a trinca se propagasse mais lentamente em relação aos corpos de prova sem tratamento, sendo assim um ganho expressivo nesse sentido de retardar o crescimento de trincas.

#### 4.9.2 Comparação entre os resultados, na região II, do aço sem tratamento e dos aços nitretados durante 8, 24 e 48 horas

Nas figuras a partir da Figura 4.57 à Figura 4.59 estão apresentadas as curvas  $da/dN$  em função  $\Delta K$ , com ênfase no estágio II de propagação do aço nitretado durante 8, 24 e 48 horas e sem tratamento, respectivamente. Nessa região quando a taxa de crescimento de trinca atinge um valor acima de  $10^{-6}$  mm/ciclo, a curva passa a assumir um aspecto linear quando os eixos estão na escala logarítmica.

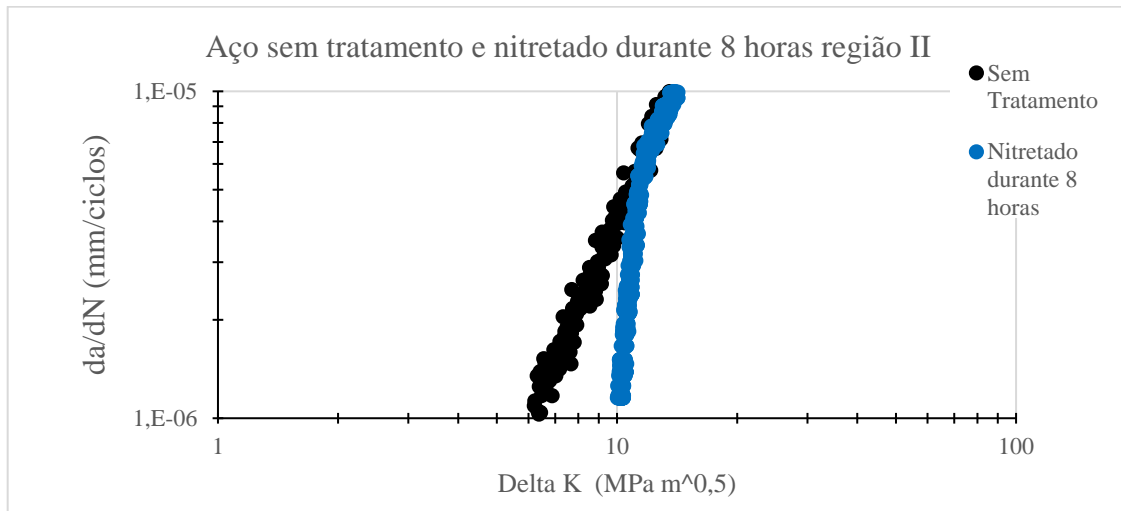


Figura 4.57: Comparação entre as Curvas  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  na região II de Propagação do aço API 5L Grau B nitretado durante 8 horas e do aço sem tratamento.

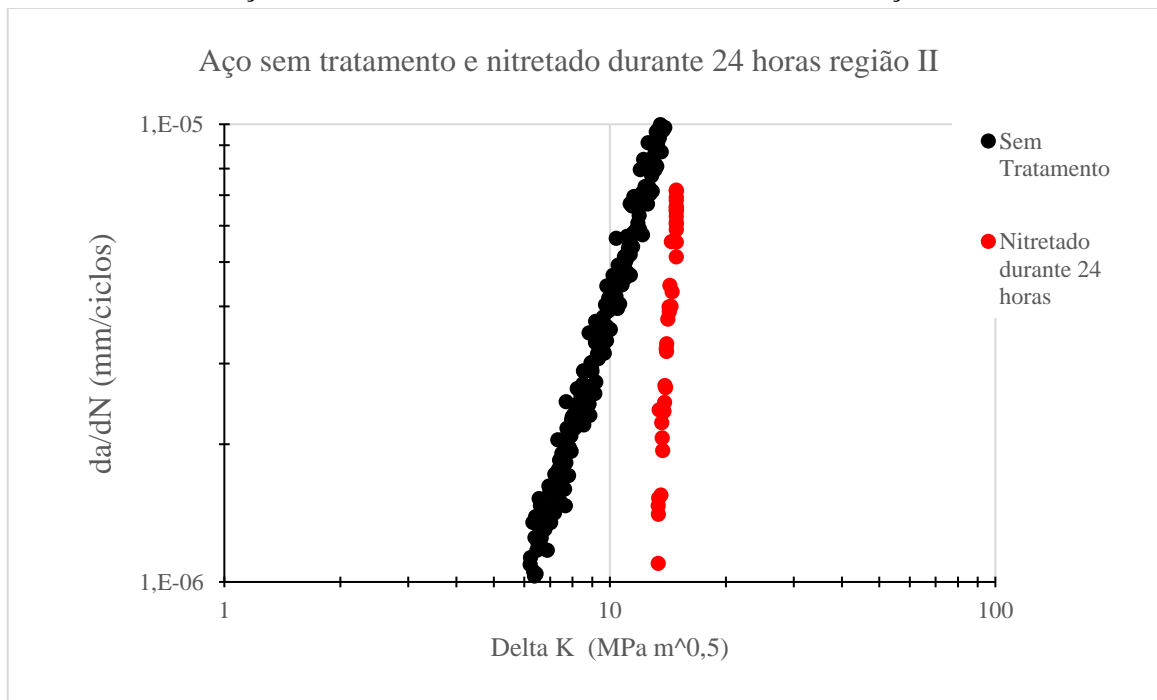


Figura 4.58: Comparação entre as Curvas  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  na região II de Propagação do aço API 5L Grau B nitretado durante 24 horas e do aço sem tratamento.

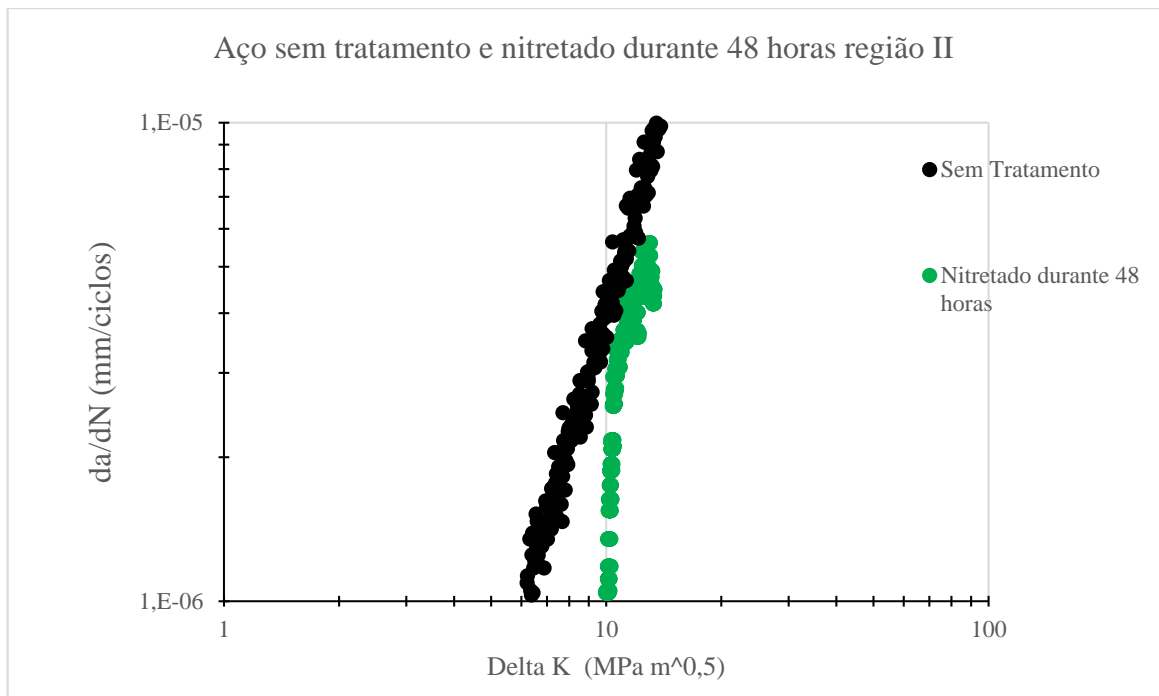


Figura 4.59: Comparação entre as Curvas  $da/dN$  em função de  $\Delta K$  na região II de Propagação do aço API 5L Grau B nitretado durante 48 horas e do aço sem tratamento.

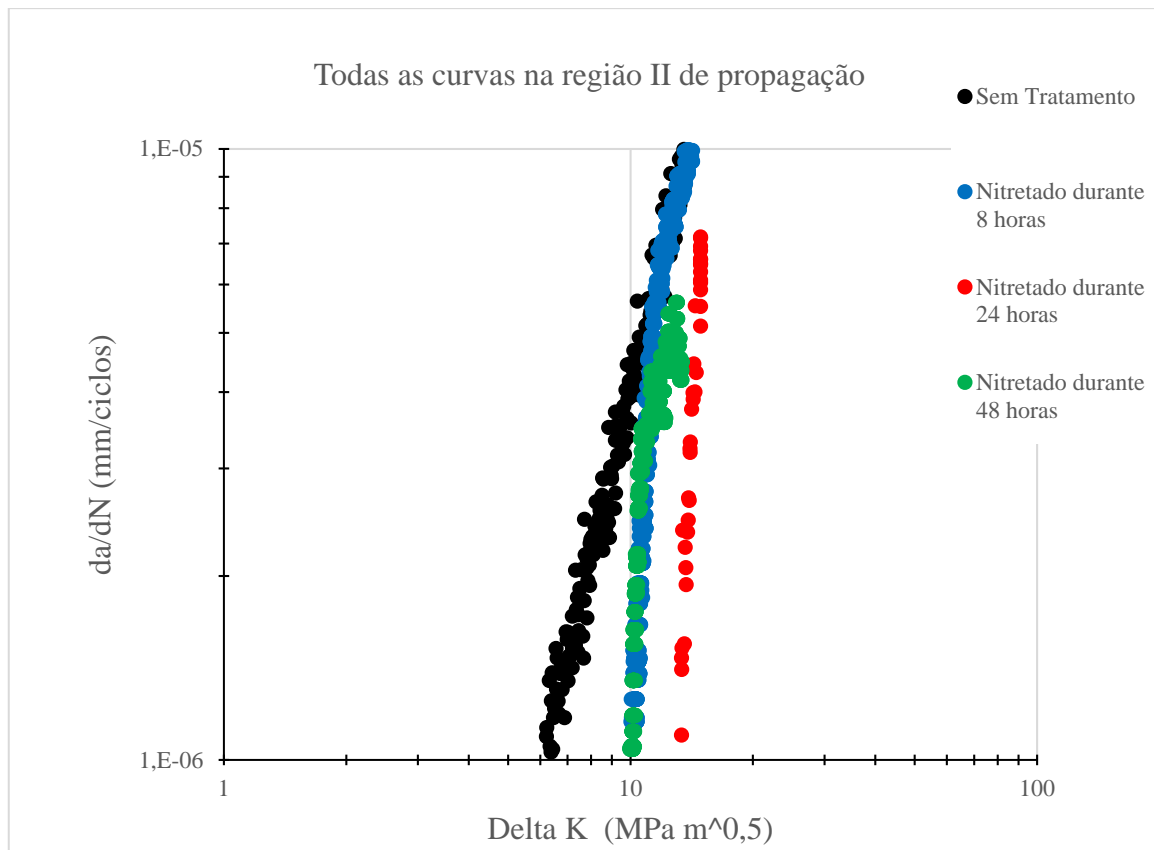


Figura 4.60: Curvas na região II de propagação de trincas, aço API 5L Grau B sem tratamento e nitretado à plasma.

Nessa região II a equação de Paris é válida sendo também a região onde a propagação sofre pouca dependência da microestrutura, da carga média, do meio ambiente e da espessura do espécime. A partir da Figura 4.60 é possível avaliar que o processo de nitretação à plasma teve pouca influência nessa região de propagação e que embora o posicionamento das curvas do aço nitretado, nos três casos, esteja ligeiramente deslocado as inclinações das mesmas são similares. Na Figura 4.61 são apresentadas todas as curvas completas obtidas nos ensaios de propagação de trincas, num mesmo plano, a curva do aço API 5L Grau B sem tratamento e do aço API 5L Grau B nitretado à plasma durante 8, 24 e 48 horas. As curvas da Figura 4.61 apresentam características típicas de propagação de trincas por fadiga, nas condições apresentadas. Possuem uma forma sigmoïdal, ou seja, característica com três regiões distintas: a fase inicial, ou região I, a fase mediana ou região II e a final ou região III.

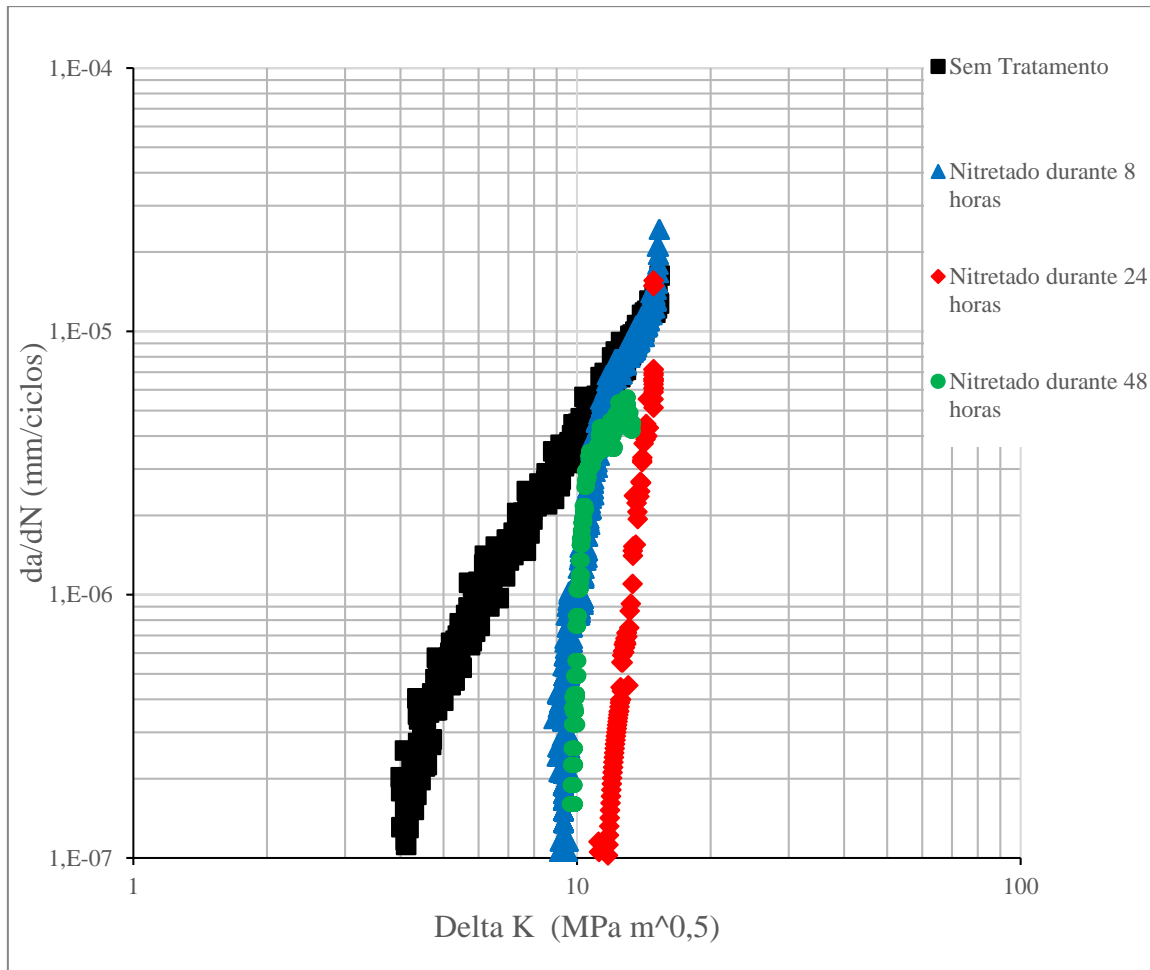


Figura 4.61: Curvas completas para crescimento de trincas, sem tratamento e nitretadas à plasma.

## 5 ANÁLISE DE RESULTADOS

### 5.1 ANÁLISE DOS RESULTADOS DE TENSÕES RESIDUAIS

Na Tabela 5.1 são apresentadas as tensões residuais e desvio padrão, em MPa, obtidos para cada tipo de amostra, sem tratamento e com as camadas nitretadas.

Tabela 5.1: Tensões residuais e desvio padrão das amostras.

Tensões Residuais (MPa)			
Sem tratamento	Nitretado 8 horas	Nitretado 24 horas	Nitretado 48 horas
+148,77 ± 26,24	- 209,70 ± 22,2	-216,16 ± 6,53	-170,66 ± 22,12

Na amostra sem tratamento observou-se um valor de tensão residual trativa enquanto nas amostras nitretadas tensões residuais compressivas. Os valores de tensões residuais, nas amostras tratadas, provavelmente são em decorrência da formação dos nitretos de ferro. Esses resultados indicam uma tendência de melhores resultados, no sentido de inibir nucleação e propagação de trincas, uma vez que as tensões residuais têm grande influência sobre nucleação e propagação de trincas. No caso das tensões residuais compressivas tendem a ser benéficas, uma vez que elas tendem a interromper este fenômeno, pois o mecanismo de formação de falha em materiais metálicos inicia com a formação de bandas de escorregamento provocadas pela movimentação de discordâncias no reticulado cristalino do metal, levando a formação de intrusões e extrusões. Essas tensões residuais compressivas nas amostras dos aços nitretados tendem a inibir o movimento de discordâncias se comparada qualitativamente com a amostra sem tratamento.

Ainda com relação à análise de tensões residuais é possível avaliar que o material nitretado durante 24 horas, se comparado qualitativamente às demais amostras, apresentou resultado de  $-216 \pm 6,56$  MPa, em termos de tensões residuais compressivas na superfície esse valor ficou coerente relação as outras amostras nitretadas, porém nesse caso um menor desvio padrão. O aumento percentual das tensões residuais do aço nitretado durante 8 horas sobre o aço sem tratamento ficou na faixa de 141%, o aço nitretado durante 24 horas teve aumento percentual na faixa de 145% e o aço nitretado durante 48 horas apresentou aumento percentual na faixa de 115% em relação a amostra do aço API 5L grau B sem tratamento. A amostra do aço nitretado durante 24 horas apresentou maior resultado de tensões residuais com aumento na faixa de 25% comparada à amostra do aço nitretado durante



48 horas e maior resultado, porém dentro do desvio padrão, comparada à amostra do aço nitretado durante 8 horas. A amostra nitretada durante 8 horas apresentou maior resultado de tensões residuais com aumento na faixa de 22% comparada à amostra nitretada por 48 horas.

## 5.2 COMPARAÇÃO ENTRE OS RESULTADOS DE MICRODUREZA VICKERS

Na Tabela 5.2 são apresentadas as médias de microdureza Vickers na faixa de 0 a 100 micra com seus respectivos desvios padrão obtidos para cada tipo de amostra.

Tabela 5.2: Microdureza Vickers de 0 a 100  $\mu\text{m}$ .

Microdureza Vickers de 0 a 100 $\mu\text{m}$			
Sem tratamento	Nitretado 8 horas	Nitretado 24 horas	Nitretado 48 horas
115,1 $\pm$ 5,72	244,33 $\pm$ 28,59	256,84 $\pm$ 49,88	200,31 $\pm$ 22,92

Observa-se que o valor das médias de microdureza na superfície de 0 a 100  $\mu\text{m}$  da camada nitretada durante 24 horas teve o maior resultado com 256,84 HV, representando aumento de aproximadamente 123% quando comparado ao material sem tratamento. Posteriormente, tem-se a camada nitretada durante 8 horas e em seguida a nitretada durante 48 horas, representando aumentos respectivos de aproximadamente 112% e 74% quando comparado ao material sem tratamento.

Na Tabela 5.3 são apresentadas as médias de microdureza Vickers na faixa de 100 a 300 micra com seus respectivos desvios padrão obtidos para cada tipo de amostra, sem tratamento e com as camadas nitretadas.

Tabela 5.3: Microdureza Vickers de 100 a 300  $\mu\text{m}$ .

Microdureza Vickers de 100 a 300 $\mu\text{m}$			
Sem tratamento	Nitretado 8 horas	Nitretado 24 horas	Nitretado 48 horas
113,88 $\pm$ 3,28	173,97 $\pm$ 20,40	184,66 $\pm$ 20,02	167,92 $\pm$ 6,01

Na faixa apresentada na Tabela 5.3 a camada nitretada durante 24 horas também teve o maior resultado com 184,66 HV, representando aumento de aproximadamente 63% quando comparado ao material sem tratamento. Posteriormente, tem-se a camada nitretada durante 8 horas com 173,97 HV e em seguida a nitretada durante 48 horas com 167,92

HV, representando aumentos respectivos de aproximadamente 53% e 48% quando comparado ao material sem tratamento nessa faixa avaliada.

Na Tabela 5.4 são apresentadas as médias de microdureza Vickers, obtidas dos resultados coletados mais próximos do centro da amostra, na faixa de 300 a 1000  $\mu\text{m}$  com seus respectivos desvios padrão obtidos para cada tipo de amostra.

Tabela 5.4: Microdureza Vickers de 300 a 1000  $\mu\text{m}$ .

Microdureza Vickers de 300 a 1000 $\mu\text{m}$			
Sem tratamento	Nitretado 8 horas	Nitretado 24 horas	Nitretado 48 horas
112,1 $\pm$ 3,42	156,2 $\pm$ 12,95	165,59 $\pm$ 13,17	157,84 $\pm$ 12,13

De 300 a 1000  $\mu\text{m}$  a camada nitretada durante 24 horas também obteve o maior resultado com média de 165,59 HV, representando aumento de aproximadamente 47,7% quando comparado ao material sem tratamento. Posteriormente, tem-se a camada nitretada durante 48 horas com 157,84 HV e em seguida a nitretada durante 8 horas com 156,2 HV, representando aumentos respectivos de aproximadamente 40,8% e 39,3% quando comparado ao material sem tratamento nessa faixa avaliada. É possível analisar, que nessa faixa de 300 a 1000  $\mu\text{m}$  as medidas de microdureza mais próximas do centro de todas as amostras nitretadas apresentaram valores estatisticamente muito próximos, com um ligeiro aumento de microdureza na amostra nitretada durante 24 horas de tratamento de 165,59 HV, dentro do desvio padrão. Esses resultados, porém, são superiores comparados ao resultado da amostra sem tratamento. Essas características e resultados são próximos aos obtidos em outros trabalhos na literatura como o realizado por YANG, LIU, *et al.*, (2011), no qual foi verificado um valor de microdureza superficial maior o quanto mais próximo da superfície e à medida que os resultados vão sendo coletados em direção ao centro, os resultados obtidos vão ficando menores, porém continuam superiores aos resultados obtidos nas amostras sem tratamento nas mesmas condições. A Figura 5.1 apresenta os perfis de microdureza Vickers em função da distância média da superfície.

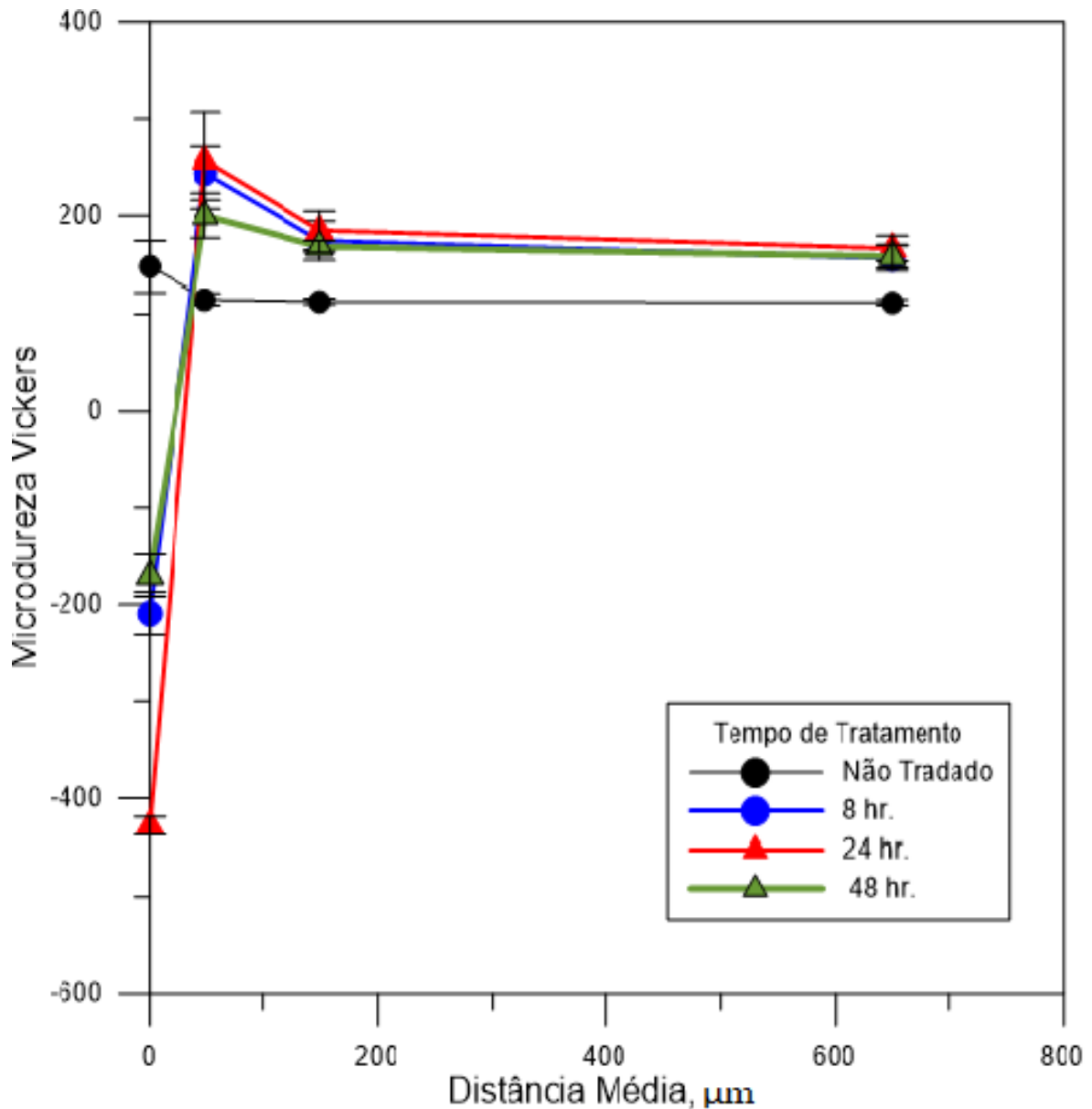


Figura 5.1: Microdureza Vickers em função da profundidade da amostra

Os valores da distância média e da microdureza superficial das camadas nitretadas aumentaram com o aumento do tempo de nitretação, atingindo picos na faixa de 300HV com distância de 100 micrometros e a partir de 200 micrometros todos os valores se mantiveram muito próximos na faixa de 180HV enquanto o aço sem tratamento apresentou valor próximo de 120 HV até 100 micrometros e a partir daí se manteve na faixa de 100HV. Esse aumento na microdureza das amostras nitretadas se deve as maiores porcentagens de nitrogênio oriundos do processo de nitretação a plasma com a formação de nitretos. A camada de nitretos formada nos aços nitretados apresentou as fases  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N e  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N, sendo

que as intensidades dos picos de difração de raios-X, que caracterizam esta fase são diferentes apenas na intensidade do pico. Outra possível explicação para o aumento de dureza nas condições apresentadas é pelo engrossamento das partículas. De acordo com TIER, SANTOS, *et al.*,(2002), com o aumento no tempo e na temperatura de nitretação, a quantidade e tamanho dos precipitados aumentam, elevando o valor da dureza superficial. Explica que depois de certo tempo de tratamento, os precipitados alcançam um valor crítico que resulta na máxima dureza. Excedendo esse tempo de tratamento, a dureza diminui devido ao adicional aumento do tamanho das partículas precipitadas. Outro fator que também pode influenciar nessa queda de dureza é a descarbonetação superficial que ocorre durante a nitretação a plasma, principalmente quando a camada nitretada não apresenta a camada branca EGERT, MALISKA, *et al.*, (1999).

### 5.3 ANÁLISE FRATOGRÁFICA DAS SUPERFÍCIES DE FRATURA

O aumento de dureza e o alto nível de tensão residual compressiva nas camadas nitretadas dificultam a iniciação e propagação de trincas na superfície, retardando este processo e em alguns casos, nucleando-se abaixo da superfície formando o chamado “*fish-eye*” olho de peixe”. Na Figura 5.2 é apresentada a superfície de um corpo de prova nitretado durante 24 horas que foi fraturado com  $1,048E+06$  ciclos quando submetido a uma tensão de 269 MPa. Em seguida, nas Figura 5.3 a Figura 5.6, são apresentadas características microscópicas e os estágios de propagação, da nucleação até fratura catastrófica, característicos deste tipo de ensaio.

Este tipo de falha é composto de quatro regiões, nucleação, propagação e fratura: Na primeira região é onde se inicia a trinca ou nucleação de trinca, geralmente em algum tipo de descontinuidade microestrutural (inclusão), que pode acontecer abaixo da camada nitretada. Na segunda região lisa, ocorre a primeira parte de propagação da trinca propriamente dita. As outras duas etapas são mais visíveis, ou seja, a região de propagação de trincas caracterizada pelas marcas de praia e estrias e por fim fratura final ou catastrófica, que podem ser melhor observadas nas Figura 5.3 à Figura 5.6.

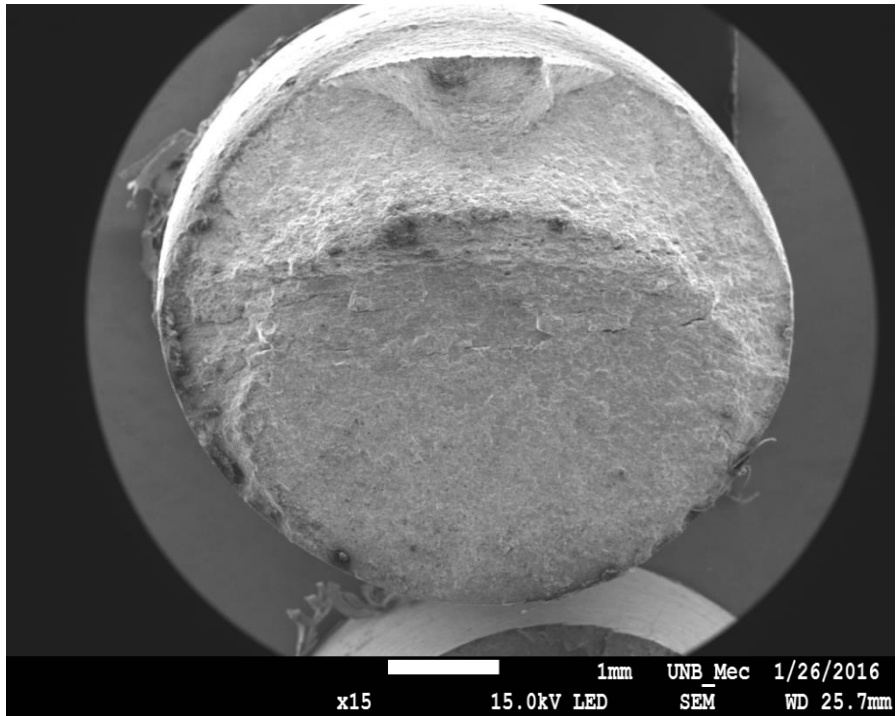


Figura 5.2: Superfície de fratura de um corpo de prova nitretado durante 24 horas ensaiado a uma tensão de 269 MPa e fraturado com  $1,048E+06$  ciclos.

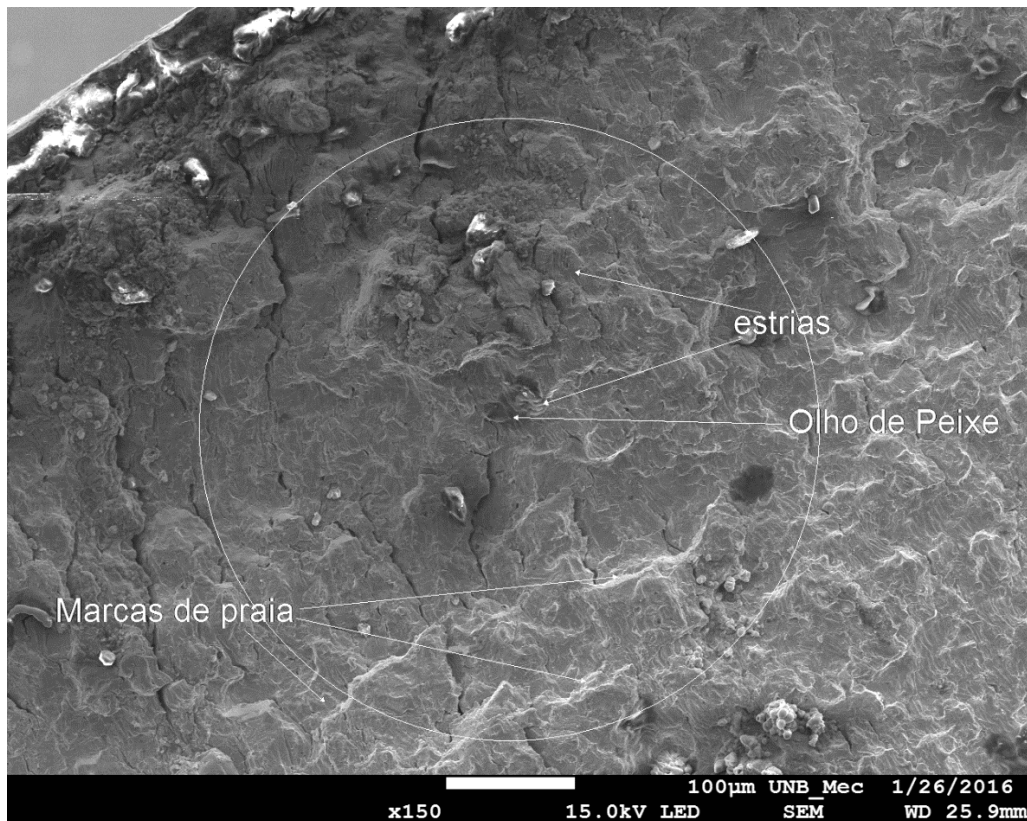


Figura 5.3: Imagem 1 do aspecto micrográfico dos estágios 1 e 2 de propagação de trincas, nucleação, “olho de peixe”, marcas de praia e estrias do corpo de prova nitretado durante 24 horas, ensaiado a uma tensão de 269 MPa e fraturado com  $1,048E+06$  ciclos.

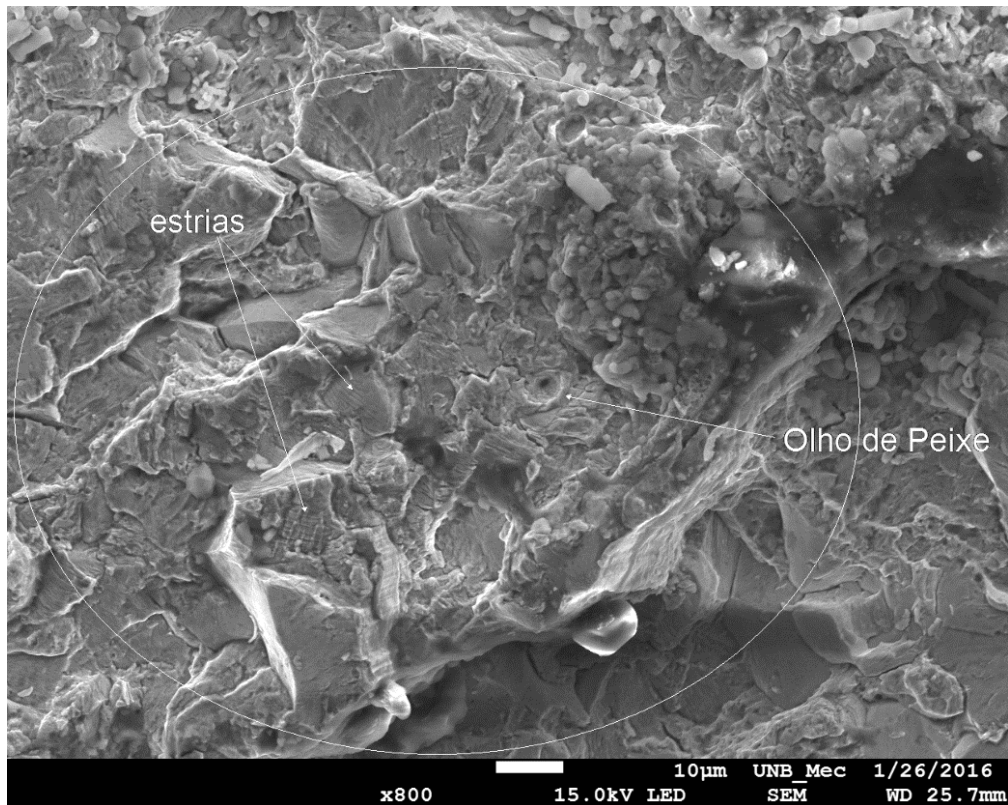


Figura 5.4: Imagem 1 ampliada do aspecto micrográfico dos estágios 1 e 2 de propagação de trincas, olho de peixe e estrias do corpo de prova nitretado durante 24 horas, ensaiado a uma tensão de 269 MPa e fraturado com  $1,048E+06$  ciclos.

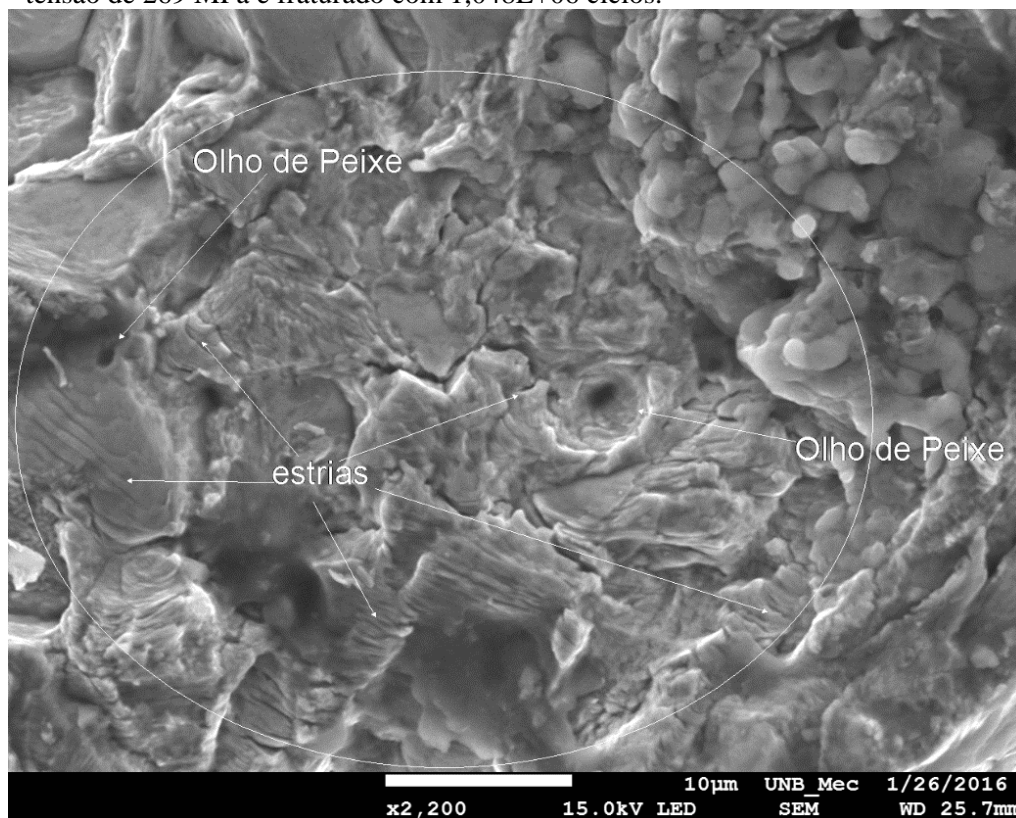


Figura 5.5: Imagem 1 2ª ampliação, aspecto micrográfico dos estágios 1 e 2 de propagação de trincas, olho de peixe e estrias do corpo de prova nitretado durante 24 horas, ensaiado a uma tensão de 269 MPa e fraturado com  $1,048E+06$  ciclos.

Na Figura 5.5 foi possível observar com mais clareza a existência de estrias de propagação de trincas por fadiga no estágio 2. É possível observar partes lisas próximas às estrias, ou seja, o apagamento destas estrias, que geralmente ocorre por contato mecânico entre as partes fraturadas do corpo de prova quando estão no ciclo de compressão durante o ensaio, antes da fratura final. Na Figura 5.6 podem-se notar as marcas de arrancamento provocada por fratura instantânea, que são características do estágio 3, de fratura final.



Figura 5.6: aspecto micrográfico do estágio 3 de propagação de trincas, fratura catastrófica, marcas de arrancamento do corpo de prova nitretado durante 24 horas, ensaiado a uma tensão de 269 MPa e fraturado com  $1,048E+06$  ciclos.

## 6 CONCLUSÕES

O presente estudo se propôs a avaliar a influência de nitretação à plasma sobre a resistência à fadiga do aço API 5L Grau B em diferentes tempos de tratamento. Nesse sentido foram realizados ensaios de fadiga, propagação de trincas, microdureza, levantamento de tensões residuais, realizadas micrografias do material, etc.

Com relação à análise de tensões residuais é possível concluir que o material nitretado durante 24 horas, se comparada qualitativamente as demais amostras, apresentou melhor resultado,  $-216,16 \pm 6,53$ MPa, em termos de tensões residuais compressivas na superfície, com valor mais expressivo e desvio padrão menos acentuado; Ganhos na faixa de 145% e 25% sobre as amostras sem tratamento e com camada nitretada durante 48 horas respectivamente. As amostras nitretadas durante 8 horas e 48 horas também apresentaram melhores resultados, em termos de tensões residuais compressivas na superfície, se comparadas a amostra sem tratamento. Ganho na faixa de 141% da amostra nitretada durante 8 horas enquanto a amostra nitretada durante 48 horas apresentou ganho na faixa de 115%.

Com relação à análise de microdureza Vickers é possível concluir que o material nitretado durante 24 horas, na faixa de 10 a 1000 micrômetros, apresentou os maiores resultados de microdureza, apresentando pico no valor de 350 HV representando ganho de aproximadamente 200%, seguido do aço nitretado por 8 horas com pico 291HV, representando aumento de aproximadamente 140% e do aço nitretado por 48 horas com pico de 232 HV representando aumento na faixa de 90% sobre o aço sem tratamento.

As curvas *S-N* obtidas através dos ensaios de fadiga apresentam resultados onde é possível concluir que a nitretação à plasma, nos três casos, teve influência no limite de resistência à fadiga deste aço. Os limites de resistência à fadiga do aço API 5L Grau B obtidos foram os seguintes:

- 193,55 +- 4,02 MPa – Corpos de prova sem tratamento.
- 238,40 +- 8,28 MPa – Corpos de prova nitretados durante 8 horas.
- 239,05 +-9,75 MPa – Corpos de prova nitretados durante 24 horas.
- 266,25 +- 4,17 MPa – Corpos de prova nitretados durante 48 horas.

Comparando os resultados de fadiga do aço sem tratamento aos resultados dos aços nitretados à plasma, é possível avaliar que o aço nitretado durante 8 e 24 horas apresentou aumento na faixa de 24%, sobre o limite de resistência à fadiga, e o nitretado durante 48 horas obteve aumento na faixa de 40%. Sendo que o aço nitretado por 48 horas



apresentou melhor ajuste da curva de tendência. Nesse caso o tempo de tratamento foi determinante.

Esses aumentos de limites estão relacionados a tensões residuais compressivas e precipitados, bem como, aumento na microdureza superficial, que podem ter retardado a nucleação, causados pelo processo de nitretação à plasma com a formação de nitretos. É possível concluir também que com a nitretação à plasma houve influência no ganho de vida para fadiga em alto ciclos a baixa tensões, com o aumento das amplitudes de tensões iniciais utilizadas no aço sem tratamento a fim de se evitar *run out*, à medida que o tempo de nitretação foi aumentando se observou uma queda no número de ciclos causado pelo aumento dos níveis de tensão a fim de se evitar *run out* em tempos maiores de nitretação.

No que diz respeito aos valores de  $\Delta K_{th}$ , verifica-se experimentalmente, aumento no valor do fator intensidade de tensões,  $\Delta K_{th}$ , do aço API 5L Grau B após nitretação à plasma de  $3,44 \text{ MPa}\sqrt{m}$  do aço sem tratamento para  $9,15 \text{ MPa}\sqrt{m}$  com camada nitretada durante 8 horas; para  $12,92 \text{ MPa}\sqrt{m}$  com camada nitretada durante 24 horas e para  $9,89 \text{ MPa}\sqrt{m}$  com camada nitretada durante 48 horas; Ganhos de 166%, 275,58% e 187,5% das camadas nitretadas durante 8, 24 e 48 horas, respectivamente, sobre o aço sem tratamento. Ou seja, o tratamento fez com que a trinca se propagasse mais lentamente em relação ao corpo de prova sem tratamento, devido à introdução de nitretos e tensões residuais compressivas, tornando mais difícil a movimentação de discordâncias.

De um modo geral, conclui-se que a nitretação à plasma influenciou para o aumento das tensões residuais compressivas o que justifica algumas das alterações de propriedades observadas, aumento de vida em fadiga, aumento do limite de resistência à fadiga, aumento do limiar de propagação de trincas, e aumento de microdureza Vickers do aço API 5L Grau B.

## 6.1 PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

Como recomendações para trabalhos futuros, propõe-se que sejam realizados experimentos variando-se os parâmetros de nitretação como o tempo de tratamento e composição gasosa.

Sejam realizados levantamentos de tensões residuais em perfis do aço fazendo comparação entre técnicas de difração de raio X com a medida de tensão residual por furo cego. Observando-se as diferentes direções cristalográficas.

Que sejam realizados ensaios de fadiga com mais corpos de prova nos mesmos níveis de tensão.

Que sejam realizados experimentos utilizando a nitretação à plasma no aço API 5L grau B fazendo adição de um ou mais elementos de liga como cromo, vanádio entre outros.

Implementar metodologia para realização de ensaios de fadiga e de propagação de trincas com diferentes razões de carregamento;

Realizar experimentos e avaliar o efeito da nitretação à plasma quanto ao desgaste e a corrosão desse aço.

## REFERÊNCIAS

- A H BOTT, S. P. B. et al. Efeitos do Hidrogênio nas Propriedades Mecânicas do Aço API 5L X-65 Nitretado Ionicamente por Plasma. **Journal of Physics D: Applied Physics**, Volume 31, Number 24, Rio de Janeiro , 1998.
- ADAMS, C. **Was Boston once literally flooded with molasses.** , 2004.
- AIE, A. I. D. E., 2013. Disponível em: <<http://www.iea.org/>>.
- ALVES JR., C. **NITRETAÇÃO A PLASMA- FUNDAMENTOS E APLICAÇÕES**, EDITORA UFRN, 2001.
- ANDERSON, T. L. **Fracture Mechanics – Fundamentals and Applications. Third Edition**, CRC Press Publishers. [S.l.]: [s.n.], 2005.
- ANP, A. N. D. P. **Boletim Mensal Do Gás Natural**, Agosto 2008.
- API, S. Specification for Line Pipe. **SPECIFICATION 5L FORTY-FIFTH EDITION**, December 2012.
- ASM METALS, H. **Heat Treating. Cold treating and cryogenic treatment of steel.** Earl A. Carlson, Lindberg ed. **Heat Treating Company. Vol. 4, Ninth Edition.** Ed.Lyman Taylor, Metals, USA., 1969.
- ASTM E 399. **Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness  $K_{Ic}$  of Metallic Materials**, 2010.
- ASTM E206. **Standard definitions of terms relating to fatigue testing and statistical analysis of data**, 1972.
- ASTM E606. **AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM / E 606 “Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing”**, 1998., 2004.
- ASTM E647. **ASTM E647 2011, Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates.**, 2011.
- ASTM E-739. **American Society for Testing and Materials- “Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress Life (S-N) and Strain Life (e - N)”**, 91R2004.
- ASTM STP E1823. **Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture**, 1996.
- BAI, Q.; Y.BAI. **Subsea Pipelines and Risers.**, p. 565-583, 2005.
- BALDISSERA, P.; DELPRETE, C. **Deep cryogenic treatment of AISI302 stainless steel: Part II – Fatigue and corrosion.** Politecnico di Torino, Corso Duca degli Abruzzi, 24–10129 Torino, Italy. , 2010.

- BAPTÍSTA, A. L. D. B. **O ENSAIO METALOGRAFICO NO CONTROLE DA QUALIDADE**. [S.l.]: [s.n.], 2013.
- BARRON, R. F. “**Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance**”, **Cryogenics**, pp. 409-414, August., 1982.
- BELL, T. **Surface Engineering** 18 415-422., 2002.
- BORGIOLO, F. et al. **Glow-Discharge Nitriding and Post-Oxidising Treatments of AISI H11 Steel**”. **Surface and Coating Technology**, 162 p. [S.l.]: [s.n.], 2002.
- BRANCO C. M., F. A. A. . C. M. S. T. **Fadiga de Estrutura Soldadas**, Ed. Gulbenkian, Lisboa, Portugal, 1986.
- BROEK, D. ). **The Practical Use of Fracture Mechanics. 1. Title. Ta409.B773. 620**. [S.l.]: [s.n.], 1988.
- BROEK, D. **Elementary Engineering Fracture Mechanics. 3 ed**, Martinus Nijhoff Publishers, 1982.
- CALLISTER, W. D. J. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. LTC. 5ª. ed. [S.l.]: [s.n.], 2000.
- CALLOI, G. **Análise da soldabilidade do aço API 5L X-80 por meio dos testes Tekken e de implante** , Rio de Janeiro, 2008.
- DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica, 2 ed.**, Guanabara Koogan, Rio de Janeiro, 1981.
- DIXON, J. **Stress and Strain distributions around cracks in sheet materials having various working hardening characteristics. International Journal Fracture Mechanics**,1 pp. 224-243. [S.l.]: [s.n.], 1965.
- DOW JONES NEWSWIRES. Disponível em:  
<[http://www.em.com.br/app/noticia/economia/2013/07/25/internas\\_economia,427591/doi-preve-alta-da-demanda-global-por-energia-ate-2040.shtml](http://www.em.com.br/app/noticia/economia/2013/07/25/internas_economia,427591/doi-preve-alta-da-demanda-global-por-energia-ate-2040.shtml)>. Acesso em: 25 jul. 2013.
- DOWLING, N. E. **Mechanical Behaviour of Materials: Engineering Methods for Mechanical Behaviour of Materials: Engineering Methods for**, New Jersey, EUA, 2007.
- E. ANELLI; D. COLLELUORI; G. CUMINO; A. IZQUIERDO; H. QUINTANILLA. **Development of high grade seamless pipes for deepwater application by metallurgical design, the 2nd International Conference on New Developments in Metallurgical Process Technology**, Riv, 2005.
- EDENHOFER, B. . **"Physical and metallurgical aspects of ionitriding – Part 1"**, **Heat Treatment of Metals**, v. 2, pp. 23-28. [S.l.]: [s.n.], 1974.

- EGERT, P. et al. **Decarburization during plasma nitriding. Surface and Coatings Technology, n.1, 33-8.** [S.l.]: [s.n.], v. 122, 1999.
- ELBER, W. . **The Significance of Fatigue Crack Closure, Damage Tolerance in Aircraft Structures, ASTM STP 486, American Society for Testing and Materials, pp. 230- 247 Philadelphia.** [S.l.]: [s.n.], 1971.
- FADEL, A. A. **Avaliação do Efeito de Tracionamento em Elevados Níveis de EDS Sobre a Resistência em Fadiga do Condutor IBIS,** 2010.
- FERNANDES, P. E. A. **Avaliação da tenacidade à fratura da zona afetada pelo calor (ZAC) do aço API 5LX80 soldado pelos processos SMAW e FCAW,** São Paulo, 2011.
- FILHO, A. I. et al. Características de um aço microligado forjado API 5L. **Matéria (Rio J.),** Rio de Janeiro, v. vol.20, n. 04, Oct./Dec. 2015.
- FONTANA, L. C. **Nitreção iônica em aços de baixo carbono.** [S.l.]: [s.n.], 1991.
- FORMAN, R. G. . K. V. E. A. E. R. M. **Numerical Analysis of crack propagation in cyclic-loaded structure. ASME Trans. J. Basic Eng. 89D, p. 459.** [S.l.]: [s.n.], 1967.
- FRANCO, A. H. **Estudo da Influência da Criogenia na Resistência ao Desgaste Abrasivo do Aço ASTM 743 Tipo CA6NM: Avaliação de Resistência ao Desgaste. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Publicação ENM.DM-127A/09, , 2009.**
- GARCIA, A. . S. J. A. . S. C. A. **Ensaio dos Materiais”, LTC- Livros Ensaio dos Materiais,** Rio de Janeiro, 2000.
- GINZBURG, V.B. **Basic Principles of Modeling in Metallurgical Design of Fat-Rolled Steel Products. In: AISE Annual Convention. Proceedings. Pittsburgh, p. 1-42,** 2003.
- GONTIJO, L. C. et al. CARACTERIZAÇÃO DE FILMES FINOS FORMADOS NA SUPERFÍCIE DE FERRO NITRETADO À PLASMA. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo nos 1 e 2,** São Paulo, v. 20, 2001.
- GRUN, R.; GUNTHER, H.-J. “Plasma nitriding in industry – problems, new solutions and limits”. **Materials Science and Engineering,** v A140, p435- 1989, 1989.
- GUIDE, H. T. **Heat Treater’s Guide 2nd editon ASM International Practices and Procedures for Irons and Steels,** 1994.
- GULYAEV, A. P. **Improved Methods of Heat Treating High Speed Steels to Improve he Cutting Properties, Metallurg, n.º12, pp. 65,** 1937.
- HANDBOOK, A. **Properties and Selection: Iron Steels.** [S.l.]: ASM HANDBOOK, v. 1, 2001.
- HANDBOOK, A. M. **Fractography. Second Edition.In: ASM International Vol.12,** 1987.

HAUPT, W. **Ensaio Mecânico e Caracterização Microestrutural De Tubos Soldados Por Fricção**. Dissertação de Mestrado, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre RS, 2013., 2013.

HERNANDEZ, A. F.. “**Estudo da Influência da Criogenia na Resistência ao Desgaste Abrasivo do Aço ASTM 743 Tipo CA6NM**”. UnB, , 2009.

HILLENBRAND, H. G.; HECKMANN, C. J.; NIEDERHOFF, K. A. **X80 line pipe for large-diameter high strength pipelines**. *APIA 2002 Annual Conference, out.*, 15 p. EP\_TP47\_02., 2002.

HULKA, K. "**Sour Gas Resistant Steel**", *Niobium Information 18/01* Cia. Bras. Met. Mineração, pp. 8. [S.l.]: [s.n.], 2001.

INGLIS, C. Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners, *Trans. Inst. Naval Architects* 55, 219–241, 1913.

IONITECH, 2015. Disponível em: <<http://www.ionitech.com/>>. Acesso em: 23 setembro 2015.

IWABUCHI, Y. S. S. "**Metallurgical characteristics of a large hydraulic runner casting of type 13Cr-Ni stainless steel**. *Melilli AS ed Stainless steel castings*", p332–354. [Resumo online ASTM STP 756], , 1982.

JONES, S. W. **Ion nitriding, Heat treatment, p 71-77,1973**. [S.l.]: [s.n.], 1973.

KAZUHIRO YAGITA;CHIKARA OHKI. **Plasma Nitriding Treatment of High Alloy Steel for Bearing Components**, *NTN TECHNICAL REVIEW No.78* , 2010.

KÖLBEL, J. **Die Nitridschichtbildung bei der Glimmentladung** *Forschungsbericht des Landes NRW, Nr. 155, Köln, Opladen, Westdeutscher Verlag*. [S.l.]: [s.n.], 1965.

LAMPE, T. et al. **Compound layer Formation during Plasma Nitriding and Nitrocarburising**, *Surface Engineering*,v9,n.9, p 69-76. [S.l.]: [s.n.], v. 9, 1993.

LEPIENSKI, C. M. et al. **Glow discharge nitriding in AISI 304 at different nitrogen–hydrogen atmospheres: Structural, mechanical and tribological properties** *Materials Science and Engineering A* 489, p. 201–206. [S.l.]: [s.n.], 2008.

LESLIE, W. C. **The physical metallurgy of steels**. McGraw-Hill series in Material Science and Engineering. USA., 1981.

MALCOM, J. G. **A Guide for Understanding & Specifying**. [S.l.]. 2007.

MANDAI, J. T. **Determinação dos parâmetros para crescimento de trinca em ligas metálicas: modelagem e experimentação**. 155f. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, UnB. Brasília DF, 2010.

- MANFRIDINI, A. P. D. A. **Avaliação da Estrutura e da Resistência Mecânica de Aços IF Nitretados a Plasma com Pré-Encruamento**". [S.l.]: [s.n.], 2014.
- MANISEKARAN, T. **Erosion Studies on Surface Modified 13Cr-4Ni Steels: Effect of Angle of Impingement and Particle Size**". *Journal of Materials Engineering and Performance* **16**, p. 567-572, 2007.
- MARC ANDRÉ MEYERS, K. K. C. **Mechanical Behavior of Materials**. 2. ed. [S.l.]: Cambridge University, 2009.
- MARRON, G. E. A. **Revue de Metallurgie, Jan.** [S.l.]: [s.n.], 1995.
- METALS, A. S. F. **Source book on nitriding, Metals Park, 1986. p.107-21.** [S.l.]: [s.n.], 1986.
- MILFONT, G. **Falhas por Fadiga**". *Elementos de Máquinas*, 2009.
- MOORE, K. C. D. N. **Cryogenic treatment of three heat-treated tool steels. Key Engineering Materials, 86—87: p47—54,** 1993.
- MOREIRA, M. F. **Endurecimento Superficial**, 2012.
- NAKONIECZNY, A. **"Fatigue fracture of nitrided and carbonitrided Layers"**. *Journal of Theoretical and Applied Mechanics* **44,3**, p. 713-730, Warsaw, 2006.
- NASCIMENTO, A. G. **Estudo Comparativo da Resistência à Fadiga do Aço API 5L Grau B Submetido a Tratamento Criogênico**, 2013.
- NITRION, D. B. **Nitron do Brasil- Soluções em Nitretação. Nitron do Brasil**, 10 Outubro 2015. Disponível em:  
<[http://www.nitrontechnology.com.br/produto\\_nitretacao.html](http://www.nitrontechnology.com.br/produto_nitretacao.html)>.
- NORTON, R. L. **Projetos de máquinas- uma abordagem integrada**. 4ª. ed. Porto Alegre: [s.n.], 2013.
- NOVIKOV, I. **Teoria dos tratamentos térmicos dos metais**. Rio de Janeiro: Ed. UFRJ, 1994.
- OHASHI, M. E. A.. **Nippon Steel Technical Report, janeiro 1990. 8-20.**
- PARIS, P. C. E. F. **A Critical Analysis of Crack Propagation Laws. Journal of basic Engineering**, pp. 528-534, 1963.
- PARK, E. **Without warning, molasses in January surged over Boston. Smithsonian** **14, n° 8. pp. 213-230**, 1983.
- PETROBRAS. **Petrobrás fatos e dados**, 2010. Disponível em:  
<<http://www.petrobras.com.br/pt/noticias/maior-gasoduto-do-brasil-nos-ultimos-dez-anos/>>. Acesso em: 15 agosto 2013.

PREVÉY, P. S. **“X-ray Diffraction Residual Stress Techniques”**. **Metals Handbook. 10. Metals Park:** American Society for Metals, 380-392. [S.l.]: [s.n.], 1986.

PRIDDLE, E. K. . **“The Influence of Test Variables on the Fatigue Crack Growth Threshold”**. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures.**, Issue 4, Pages 333-345. [S.l.]: [s.n.], v. 12, 2007.

PYE, D. **“Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing”**. ASM. The Materials Information Society. 2003, 2003.

R.FONTANA; L.C.GERONIMO; V.A.FAVRE-NICOLIN. **AVALIAÇÃO DA CORROSÃO DO AÇO API 5L X70 COM NITREÇÃO A PLASMA. II WORKSHOP DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS DO PROPEMM – IFES, VITÓRIA-ES, 30-31 AGOSTO 2012.**

RATNAPULI, C. R. **Considerações Metalúrgicas de Fabricação dos Aços para Tubos API 5L. 62º Congresso Anual da ABM, 2007, Vitória – ES. VITÓRIA:** [s.n.], 2007.

REASBECK, R. B. **Improved tool life by the cryotough treatment, Metallurgia: p178–179, 1992.**

ROSA, E. **ANÁLISE DE RESISTÊNCIA MECÂNICA DE PEÇAS E COMPONENTES ESTRUTURAIS (MECÂNICA DA FRATURA E FADIGA).** Santa Catarina: UFSC, 2002.

ROZA, E. J. **API 5L X80 ERW Pipelines:** TenarisConfab & Usiminas Development. 6th, International Pipeline Conference, 2006. Proceedings. Alberta, Canadá: [s.n.], 2006.

SÁ, M. V. C. **Avaliação Experimental do Efeito da Razão de Carregamento Sobre o Cálculo da Distância Crítica- Um Estudo Para o Aço ASTM A743 CA6NM. Dissertação de Mestrado em Integridade de Materiais de Engenharia. Publicação FGA.DM - 002, 2013.**

SÁ, M. V. C. **Avaliação Experimental do Efeito da Razão de Carregamento Sobre o Cálculo da Distância Crítica- Um Estudo Para o Aço ASTM A743 CA6NM. Dissertação de Mestrado em Integridade de Materiais de Engenharia. Publicação FGA. Brasília-DF: [s.n.], 2013.**

SAKIMOTO, T. et al. **Effect of Internal Pressure on Tensile Strain Capacity of X80 Pipeline.** [S.l.]: ELSEVIER, 2011.

SICILIANO, F. **Materiais para Gasodutos: Aços de Alta Resistência para Dutos de Transporte de Gás e Petróleo.**, SÃO PAULO, 64, MAIO 2008. 208-211.

SIRINA, S. Y.; SIRINB, K.; KALUC, E. **Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 4340 steel, 2007.**

SMITH, W. F. **Structure and properties do engineering alloys. 2ª ed. McGraw- Hill, Singapore, 1993.**



SOLEIMANI, S. M. Y. et al. **“The effect of plasma nitriding on the fatigue behavior of DIN 1.2210 cold work tool steel”**, *Materials and Design* **35** (2012) 87–92, 2012.

TELLES, P. C. S. **Materiais para equipamentos de processo**. 6ª. ed. Rio de Janeiro: Interciência Ltda, 2003.

TENARISCONFAB. PROCESSO de Fabricação: SAW Longitudinal – UOE. **TENARIS**, 2014. Disponível em: <[www.tenaris.com/tenarisconfab/pt/prodser/linepipe.aspx](http://www.tenaris.com/tenarisconfab/pt/prodser/linepipe.aspx)>. Acesso em: 16 julho 2015.

TIER, M. A. et al. **A study of grain boundary precipitation during plasma nitriding of steel**. *Surface Modification Technology*. [S.l.]: [s.n.], v. 5, 2002.

TIPPER, C. F. E. **The brittle fracture story**. Cambridge Eng. University Press. 197f, , 1962.

TORRES, R. N. **Efeitos do Tratamento Criogênico e da Nitretação a Plasma no Coeficiente de Desgaste Abrasivo da Armadura de Pressão de Tubos Flexíveis para Petróleo**. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas. Publicação ENM.DM - 197, 2013.

UNB, 2015. Disponível em: <<http://www.gffm.unb.br/index.php/br/linhas-de-atuacao/mecanica-da-fratura->>. Acesso em: 25 maio 2016.

VIEIRA, R. D. **PROCESSOS DE FABRICAÇÃO DE TUBOS**. Rio de Janeiro. 2010.

WALKER, E. K. **Effects of environments and complex load history on fatigue life**. *ASTM STP 462*, pp. 1-14. [S.l.]: [s.n.], 1970.

WANG, C. H. **Introduction to Fracture Mechanics**. Defence Science and Technology Organisation. 82f. Melbourne, Austrália , 1996.

WANG, C. H. **Introduction to Fracture Mechanics**. Defence Science and Technology Organisation. 82f. Melbourne, Austrália., 1996.

WINCK, L. B. **Influência da Nitretação a Plasma no Comportamento em Fadiga do Aço ASTM 743 Tipo CA6NM**. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Publicação ENM.DM–158A/11. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 2011.

YANG, J. et al. **“Microstructural and tribological characterization of plasma- and gas-nitrided 2Cr13 steel in vacuum”**. *Materials and Design* **32**, p. 808-814. [S.l.]: [s.n.], 2011.

ZHIRAFAR, S.; REZAEIAN, A.; PUGH, M. **Effect of cryogenic on the mechanical properties of 4340 steel**. *Journal of Processing Technology*., 2007.

## ANEXO A: Propriedades mecânicas para tubos segundo API

Tabela 0.1. Requisitos para os resultados de ensaios de tração para tubos PSL 1 (API, 2012).

Grau do Tubo	Tubos com e sem costura			Tubos com solda EW, LW, SAW e COW
	<sup>a</sup> Limite de escoamento $R_{t0,5}$ MPa (psi) mínimo	<sup>a</sup> Limite de resistência $R_m$ MPa (psi) mínimo	Alongamento (on 50 mm or 2 in) $A_f$ % mínimo	<sup>b</sup> Limite de resistência $R_m$ MPa (psi) mínimo
L175 or A25	175 (25 400)	310 (45 000)	c	310 (45 000)
L175P or A25P	175 (25 400)	310 (45 000)	c	310 (45 000)
L210 or A	210 (30 500)	335 (48 600)	c	335 (48 600)
L245 or B	245 (35 500)	415 (60 200)	c	415 (60 200)
L290 or X42	290 (42 100)	415 (60 200)	c	415 (60 200)
L320 or X46	320 (46 400)	435 (63 100)	c	435 (63 100)
L360 or X52	360 (52 200)	460 (66 700)	c	460 (66 700)
L390 or X56	390 (56 600)	490 (71 100)	c	490 (71 100)
L415 or X60	415 (60 200)	520 (75 400)	c	520 (75 400)
L450 or X65	450 (65 300)	535 (77 600)	c	535 (77 600)
L485 or X70	485 (70 300)	570 (82 700)	c	570 (82 700)

a Para graus intermediários, a diferença entre a resistência à tração mínima especificada e o limite de escoamento mínimo especificado para o corpo de tubo é o indicado na tabela para o grau imediatamente superior.

b Para os graus intermédios, a resistência à tração mínima especificada para o cordão de soldadura deverá ser o mesmo valor que foi determinado para o corpo de tubo usando uma nota de rodapé).

c O alongamento mínimo,  $A_f$ , será dado em porcentagem e arredondado para o mais próximo, até centésimos, definido de acordo com a seguinte equação

$$A_f = C \frac{A_{xc}^{0,2}}{U^{0,9}},$$

onde

$A_f$  é o alongamento mínimo,

$C$  vale 1940 para cálculos usando unidades SI e 625000 para cálculos usando unidades USC;

$A_{xc}$  é a área da seção transversal do corpo de prova utilizado no ensaio de resistência à tração, expresso em milímetros quadrados (polegadas quadradas), como segue:

- Para corpos de prova (CPs) circulares, 130 mm<sup>2</sup> (0,20 in<sup>2</sup>) para CPs com 12,7 mm (0,500 polegadas) e 8,9 mm (0,350 in) de diâmetro; e 65 mm<sup>2</sup> (0,10 in<sup>2</sup>) para CPs com 6,4 mm (0,250 in) de diâmetro;
- Para CPs retos utilizar o menor a) 485 mm<sup>2</sup> (0,75 in<sup>2</sup>) ou b) a área da seção transversal do corpo de prova arredondado para o mais próximo de 10mm<sup>2</sup>(0,01in<sup>2</sup>);

$U$  é a resistência à tração, mínimo especificado, expressa em megapascals (libras por polegada quadrada). A Tabela 0.2 apresenta os requisitos de ensaios de tração em tubos PSL2, a serem seguidos.

Tabela 0.2: Requisitos para os resultados de ensaios de tração para tubos PSL 2 (API, 2012).

Grau do tubo	Tubos com e sem costura						Tubos com soldas HFW, SAW e COW
	Limite de escoamento <sup>a</sup>		Limite de resistência <sup>a</sup>		Ratio <sup>a, c</sup>	Alongamento (on 50 mm or 2 in) $A_f$	Limite de resistência <sup>d</sup>
	$R_{t0,5}$ MPa (psi)		$R_m$ MPa (psi)		$R_{t0,5}/R_m$	%	$R_m$ MPa (psi)
	mínimo	máximo	mínimo	máximo	máximo	mínimo	mínimo
L245R or BR L245N or BN L245Q or BQ L245M or BM	245 (35 500)	450 <sup>e</sup> (65 300) <sup>e</sup>	415 (60 200)	655 (95 000)	0,93	f	415 (60 200)
L290R or X42R L290N or X42N L290Q or X42Q L290M or X42M	290 (42 100)	495 (71 800)	415 (60 200)	655 (95 000)	0,93	f	415 (60 200)
L320N or X46N L320Q or X46Q L320M or X46M	320 (46 400)	525 (76 100)	435 (63 100)	655 (95 000)	0,93	f	435 (63 100)
L360N or X52N L360Q or X52Q L360M or X52M	360 (52 200)	530 (76 900)	460 (66 700)	760 (110 200)	0,93	f	460 (66 700)
L390N or X56N L390Q or X56Q L390M or X56M	390 (56 600)	545 (79 000)	490 (71 100)	760 (110 200)	0,93	f	490 (71 100)
L415N or X60N L415Q or X60Q L415M or X60M	415 (60 200)	565 (81 900)	520 (75 400)	760 (110 200)	0,93	f	520 (75 400)
L450Q or X65Q L450M or X65M	450 (65 300)	600 (87 000)	535 (77 600)	760 (110 200)	0,93	f	535 (77 600)
L485Q or X70Q L485M or X70M	485 (70 300)	635 (92 100)	570 (82 700)	760 (110 200)	0,93	f	570 (82 700)
L555Q or X80Q L555M or X80M	555 (80 500)	705 (102 300)	625 (90 600)	825 (119 700)	0,93	f	625 (90 600)
L625M or X90M	625 (90 600)	775 (112 400)	695 (100 800)	915 (132 700)	0,95	f	695 (100 800)
L625Q or X90Q	625 (90 600)	775 (112 400)	695 (100 800)	915 (132 700)	0,97 <sup>g</sup>	f	—
L690M or X100M	690 <sup>b</sup> (100 100) <sup>b</sup>	840 <sup>b</sup> (121 800) <sup>b</sup>	760 (110 200)	990 (143 600)	0,97 <sup>h</sup>	f	760 (110 200)
L690Q or X100Q	690 <sup>b</sup> (100 100) <sup>b</sup>	840 <sup>b</sup> (121 800) <sup>b</sup>	760 (110 200)	990 (143 600)	0,97 <sup>h</sup>	f	—
L830M or X120M	830 <sup>b</sup> (120 400) <sup>b</sup>	1 050 <sup>b</sup> (152 300) <sup>b</sup>	915 (132 700)	1 145 (166 100)	0,99 <sup>h</sup>	f	915 (132 700)

a Para graus intermediários, a diferença entre o limite de escoamento máximo e o limite de escoamento mínimo especificados é o indicado na tabela para o grau imediatamente superior, e a diferença entre a resistência à tração mínima e o limite de escoamento mínimo especificados é o indicado na tabela para o grau imediatamente superior. Para graus intermediários até ao grau L320 ou X46, a resistência à ruptura deve ser  $\leq 655$  MPa (95 000 psi). Para graus intermediários superiores ao L320 ou X46 e inferior ao grau L555 ou X80, a resistência à ruptura deve ser  $\leq 760$  MPa (110 200 psi). Para graus intermediários superiores ao grau L555 ou X80, o limite máximo admissível de tração deve ser obtido por interpolação. Para unidades do SI, o valor calculado será arredondado para o mais próximo de 5 MPa. Para unidades USC, o valor calculado será arredondado para o mais próximo de 100 psi.

b Para graus > L625 ou X90,  $R_{p0,2}$  se aplica.

c Esse limite se aplica para a tubulação com  $D > 323,9$  mm (12.750 in).

d Para graus intermediários, a resistência à tração mínima, especificada para tubos com costura, deverá ser de mesmo valor que foi determinado para o corpo do tubo usando a nota de rodapé item a.

:  $A_f$  é o alongamento mínimo,

$C$  vale 1940 para cálculos usando unidades SI e 625000 para cálculos usando unidades USC;

$$A_f = C \frac{A_{xc}^{0,2}}{U^{0,9}},$$

onde

e Para tubos que exigem teste longitudinal, o limite de escoamento máximo deve ser  $\leq 495$  MPa (71 800 psi). O alongamento mínimo,  $A_f$ , será dado em porcentagem e arredondado para o mais próximo, até centésimos

$A_{xc}$  é a área da seção transversal do corpo de prova utilizado no ensaio de resistência à tração, expresso em milímetros quadrados (polegadas quadradas), como segue:

- Para corpos de prova (CPs) circulares, 130 mm<sup>2</sup> (0,20 in<sup>2</sup>) para CPs com 12,7 mm (0,500 polegadas) e 8,9 mm (0,350 in) de diâmetro; e 65 mm<sup>2</sup> (0,10 in<sup>2</sup>) para CPs com 6,4 mm (0,250 in) de diâmetro;
- Para CPs retos utilizar o menor a) 485 mm<sup>2</sup> (0,75 in<sup>2</sup>) ou b) a área da seção transversal do corpo de prova arredondado para o mais próximo de 10mm<sup>2</sup>(0,01in<sup>2</sup>);

$U$  é a resistência à tração, mínimo especificado, expressa em megapascais (libras por polegada quadrada).

g Valores menores para  $R_t 0,5 / R_m$  podem ser utilizados desde que especificados em acordo.

h Para os graus  $> L625$  ou  $X90$ ,  $R_p 0,2 / R_m$  se aplica. Valores menores de  $R_p 0,2 / R_m$  podem ser especificados em acordo.

## ANEXO B: Composição química dos tubos de aço segundo API

Table 4 — Chemical composition for PSL 1 pipe with  $t \leq 25,0$  mm (0.984 in)

Steel grade (Steel name)	Mass fraction, based upon heat and product analyses <sup>a, g</sup>							
	C max. <sup>b</sup>	Mn max. <sup>b</sup>	P min.   max.		S max.	V max.	Nb max.	Ti max.
<b>Seamless pipe</b>								
L175 or A25	0,21	0,60	—	0,030	0,030	—	—	—
L175P or A25P	0,21	0,60	0,045	0,080	0,030	—	—	—
L210 or A	0,22	0,90	—	0,030	0,030	—	—	—
L245 or B	0,28	1,20	—	0,030	0,030	c,d	c,d	d
L290 or X42	0,28	1,30	—	0,030	0,030	d	d	d
L320 or X46	0,28	1,40	—	0,030	0,030	d	d	d
L360 or X52	0,28	1,40	—	0,030	0,030	d	d	d
L390 or X56	0,28	1,40	—	0,030	0,030	d	d	d
L415 or X60	0,28 <sup>e</sup>	1,40 <sup>e</sup>	—	0,030	0,030	f	f	f
L450 or X65	0,28 <sup>e</sup>	1,40 <sup>e</sup>	—	0,030	0,030	f	f	f
L485 or X70	0,28 <sup>e</sup>	1,40 <sup>e</sup>	—	0,030	0,030	f	f	f
<b>Welded pipe</b>								
L175 or A25	0,21	0,60	—	0,030	0,030	—	—	—
L175P or A25P	0,21	0,60	0,045	0,080	0,030	—	—	—
L210 or A	0,22	0,90	—	0,030	0,030	—	—	—
L245 or B	0,26	1,20	—	0,030	0,030	c,d	c,d	d
L290 or X42	0,26	1,30	—	0,030	0,030	d	d	d
L320 or X46	0,26	1,40	—	0,030	0,030	d	d	d
L360 or X52	0,26	1,40	—	0,030	0,030	d	d	d
L390 or X56	0,26	1,40	—	0,030	0,030	d	d	d
L415 or X60	0,26 <sup>e</sup>	1,40 <sup>e</sup>	—	0,030	0,030	f	f	f
L450 or X65	0,26 <sup>e</sup>	1,45 <sup>e</sup>	—	0,030	0,030	f	f	f
L485 or X70	0,26 <sup>e</sup>	1,65 <sup>e</sup>	—	0,030	0,030	f	f	f

<sup>a</sup> Cu  $\leq$  0,50 %; Ni  $\leq$  0,50 %; Cr  $\leq$  0,50 % and Mo  $\leq$  0.15%  
<sup>b</sup> For each reduction of 0,01 % below the specified maximum concentration for carbon, an increase of 0,05 % above the specified maximum concentration for Mn is permissible, up to a maximum of 1,65 % for grades  $\geq$  L245 or B, but  $\leq$  L360 or X52; up to a maximum of 1,75 % for grades  $>$  L360 or X52, but  $<$  L485 or X70; and up to a maximum of 2,00 % for grade L485 or X70.  
<sup>c</sup> Unless otherwise agreed, Nb + V  $\leq$  0,06 %.  
<sup>d</sup> Nb + V + Ti  $\leq$  0,15 %.  
<sup>e</sup> Unless otherwise agreed.  
<sup>f</sup> Unless otherwise agreed, Nb + V + Ti  $\leq$  0,15 %.  
<sup>g</sup> No deliberate addition of B is permitted and the residual B  $\leq$  0,001 %.

Table 5 — Chemical composition for PSL 2 pipe with  $t \leq 25,0$  mm (0.984 in)

Steel grade (Steel name)	Mass fraction, based upon heat and product analyses % maximum									Carbon equivalent <sup>a</sup> % maximum	
	C <sup>b</sup>	Si	Mn <sup>b</sup>	P	S	V	Nb	Ti	Other	CE <sub>IIW</sub>	CE <sub>Pcm</sub>
<b>Seamless and welded pipes</b>											
L245R or BR	0,24	0,40	1,20	0,025	0,015	c	c	0,04	e,l	0,43	0,25
L290R or X42R	0,24	0,40	1,20	0,025	0,015	0,06	0,05	0,04	e,l	0,43	0,25
L245N or BN	0,24	0,40	1,20	0,025	0,015	c	c	0,04	e,l	0,43	0,25
L290N or X42N	0,24	0,40	1,20	0,025	0,015	0,06	0,05	0,04	e,l	0,43	0,25
L320N or X46N	0,24	0,40	1,40	0,025	0,015	0,07	0,05	0,04	d,e,l	0,43	0,25
L360N or X52N	0,24	0,45	1,40	0,025	0,015	0,10	0,05	0,04	d,e,l	0,43	0,25
L390N or X56N	0,24	0,45	1,40	0,025	0,015	0,10 <sup>f</sup>	0,05	0,04	d,e,l	0,43	0,25
L415N or X60N	0,24 <sup>f</sup>	0,45 <sup>f</sup>	1,40 <sup>f</sup>	0,025	0,015	0,10 <sup>f</sup>	0,05 <sup>f</sup>	0,04 <sup>f</sup>	g,h,l	as agreed	
L245Q or BQ	0,18	0,45	1,40	0,025	0,015	0,05	0,05	0,04	e,l	0,43	0,25
L290Q or X42Q	0,18	0,45	1,40	0,025	0,015	0,05	0,05	0,04	e,l	0,43	0,25
L320Q or X46Q	0,18	0,45	1,40	0,025	0,015	0,05	0,05	0,04	e,l	0,43	0,25
L360Q or X52Q	0,18	0,45	1,50	0,025	0,015	0,05	0,05	0,04	e,l	0,43	0,25
L390Q or X56Q	0,18	0,45	1,50	0,025	0,015	0,07	0,05	0,04	d,e,l	0,43	0,25
L415Q or X60Q	0,18 <sup>f</sup>	0,45 <sup>f</sup>	1,70 <sup>f</sup>	0,025	0,015	g	g	g	h,l	0,43	0,25
L450Q or X65Q	0,18 <sup>f</sup>	0,45 <sup>f</sup>	1,70 <sup>f</sup>	0,025	0,015	g	g	g	h,l	0,43	0,25
L485Q or X70Q	0,18 <sup>f</sup>	0,45 <sup>f</sup>	1,80 <sup>f</sup>	0,025	0,015	g	g	g	h,l	0,43	0,25
L555Q or X80Q	0,18 <sup>f</sup>	0,45 <sup>f</sup>	1,90 <sup>f</sup>	0,025	0,015	g	g	g	ij	as agreed	
L625Q or X90Q	0,16 <sup>f</sup>	0,45 <sup>f</sup>	1,90	0,020	0,010	g	g	g	jk	as agreed	
L690Q or X100Q	0,16 <sup>f</sup>	0,45 <sup>f</sup>	1,90	0,020	0,010	g	g	g	jk	as agreed	
<b>Welded pipe</b>											
L245M or BM	0,22	0,45	1,20	0,025	0,015	0,05	0,05	0,04	e,l	0,43	0,25
L290M or X42M	0,22	0,45	1,30	0,025	0,015	0,05	0,05	0,04	e,l	0,43	0,25
L320M or X46M	0,22	0,45	1,30	0,025	0,015	0,05	0,05	0,04	e,l	0,43	0,25
L360M or X52M	0,22	0,45	1,40	0,025	0,015	d	d	d	e,l	0,43	0,25
L390M or X56M	0,22	0,45	1,40	0,025	0,015	d	d	d	e,l	0,43	0,25
L415M or X60M	0,12 <sup>f</sup>	0,45 <sup>f</sup>	1,60 <sup>f</sup>	0,025	0,015	g	g	g	h,l	0,43	0,25
L450M or X65M	0,12 <sup>f</sup>	0,45 <sup>f</sup>	1,60 <sup>f</sup>	0,025	0,015	g	g	g	h,l	0,43	0,25
L485M or X70M	0,12 <sup>f</sup>	0,45 <sup>f</sup>	1,70 <sup>f</sup>	0,025	0,015	g	g	g	h,l	0,43	0,25
L555M or X80M	0,12 <sup>f</sup>	0,45 <sup>f</sup>	1,85 <sup>f</sup>	0,025	0,015	g	g	g	ij	0,43 <sup>f</sup>	0,25
L625M or X90M	0,10	0,55 <sup>f</sup>	2,10 <sup>f</sup>	0,020	0,010	g	g	g	ij	—	0,25
L690M or X100M	0,10	0,55 <sup>f</sup>	2,10 <sup>f</sup>	0,020	0,010	g	g	g	ij		0,25
L830M or X120M	0,10	0,55 <sup>f</sup>	2,10 <sup>f</sup>	0,020	0,010	g	g	g	ij		0,25

**Table 5 — Chemical composition for PSL 2 pipe with  $t \leq 25,0$  mm (0.984 in) (continued)**

a	Based upon product analysis. For seamless pipe with $t > 20,0$ mm (0.787 in), the CE <sub>IIW</sub> limits apply if C $> 0,12$ % and the CE <sub>PCM</sub> limits apply if C $\leq 0,12$ %.
b	For each reduction of 0,01 % below the specified maximum for C, an increase of 0,05 % above the specified maximum for Mn is permissible, up to a maximum of 1,65 % for grades $\geq$ L245 or B, but $\leq$ L360 or X52; up to a maximum of 1,75 % for grades $>$ L360 or X52, but $<$ L485 or X70; up to a maximum of 2,00 % for grades $\geq$ L485 or X70, but $\leq$ L555 or X80; and up to a maximum of 2,20 % for grades $>$ L555 or X80.
c	Unless otherwise agreed, Nb + V $\leq 0,06$ %.
d	Nb + V + Ti $\leq 0,15$ %.
e	Unless otherwise agreed, Cu $\leq 0,50$ %; Ni $\leq 0,30$ %; Cr $\leq 0,30\%$ and Mo $\leq 0,15$ %.
f	Unless otherwise agreed.
g	Unless otherwise agreed, Nb + V + Ti $\leq 0,15$ %.
h	Unless otherwise agreed, Cu $\leq 0,50$ %; Ni $\leq 0,50$ %; Cr $\leq 0,50\%$ and Mo $\leq 0,50$ %.
i	Unless otherwise agreed, Cu $\leq 0,50$ %; Ni $\leq 1,00$ %; Cr $\leq 0,50\%$ and Mo $\leq 0,50$ %.
j	B $\leq 0,004$ %.
k	Unless otherwise agreed, Cu $\leq 0,50$ %; Ni $\leq 1,00$ %; Cr $\leq 0,55\%$ and Mo $\leq 0,80$ %.
l	For all PSL 2 pipe grades except those grades to which footnote j already applies, the following applies. Unless otherwise agreed no intentional addition of B is permitted and residual B $\leq 0,001\%$ .



## APÊNDICE A: MEDIDAS DAS CAMADAS NITRETADAS

Tabela 0.3: Cálculos das camadas de compostos e de difusão.

	Camada de compostos ( $\mu\text{m}$ )			Camada de difusão ( $\mu\text{m}$ )		
	Nitretado 8 horas	Nitretado 24 horas	Nitretado 48 horas	Nitretado 8 horas	Nitretado 24 horas	Nitretado 48 horas
1	5,87	4,13	5,03	320,00	460,00	519,00
2	5,87	5,07	4,86	321,00	452,00	538,00
3	5,28	4,54	5,12	337,00	464,00	538,00
4	5,28	4,13	4,98	310,00	428,00	523,00
5	5,28	4,50	4,98	315,00	417,00	518,00
6	5,37	4,50	4,98	329,00	416,00	515,00
7	5,87	4,13	5,54	335,00	432,00	533,00
8	5,37	3,57	4,98	332,00	442,00	528,00
9	5,87	4,13	4,95	328,00	431,00	524,00
10	5,82	3,64	5,20	320,00	442,00	527,00
11	5,64	4,13	5,54	323,00	448,00	546,00
12	5,28	4,16	5,20	326,00	433,00	547,00
Média	5,57	4,22	5,11	324,67	438,75	529,67
Desvio padrão	0,27	0,39	0,21	7,71	14,77	10,28

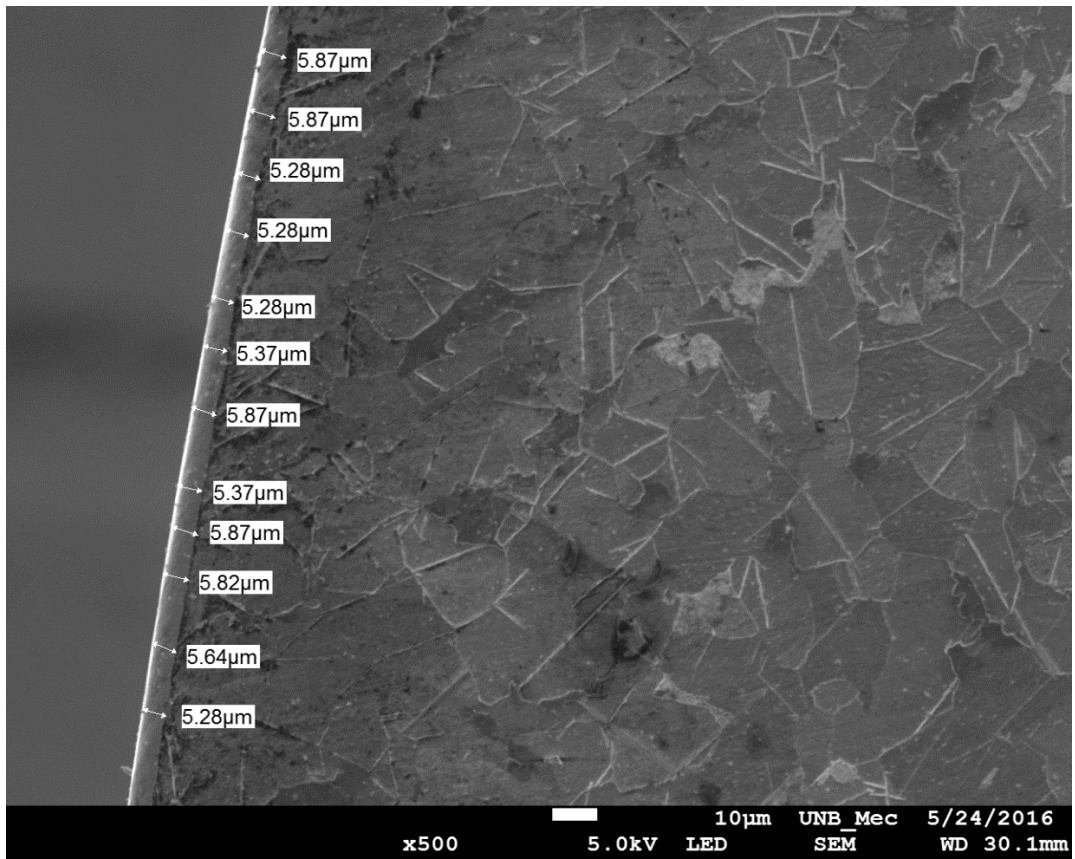


Figura 0.1: Medidas da camada de compostos, aço nitretado durante 8 horas.

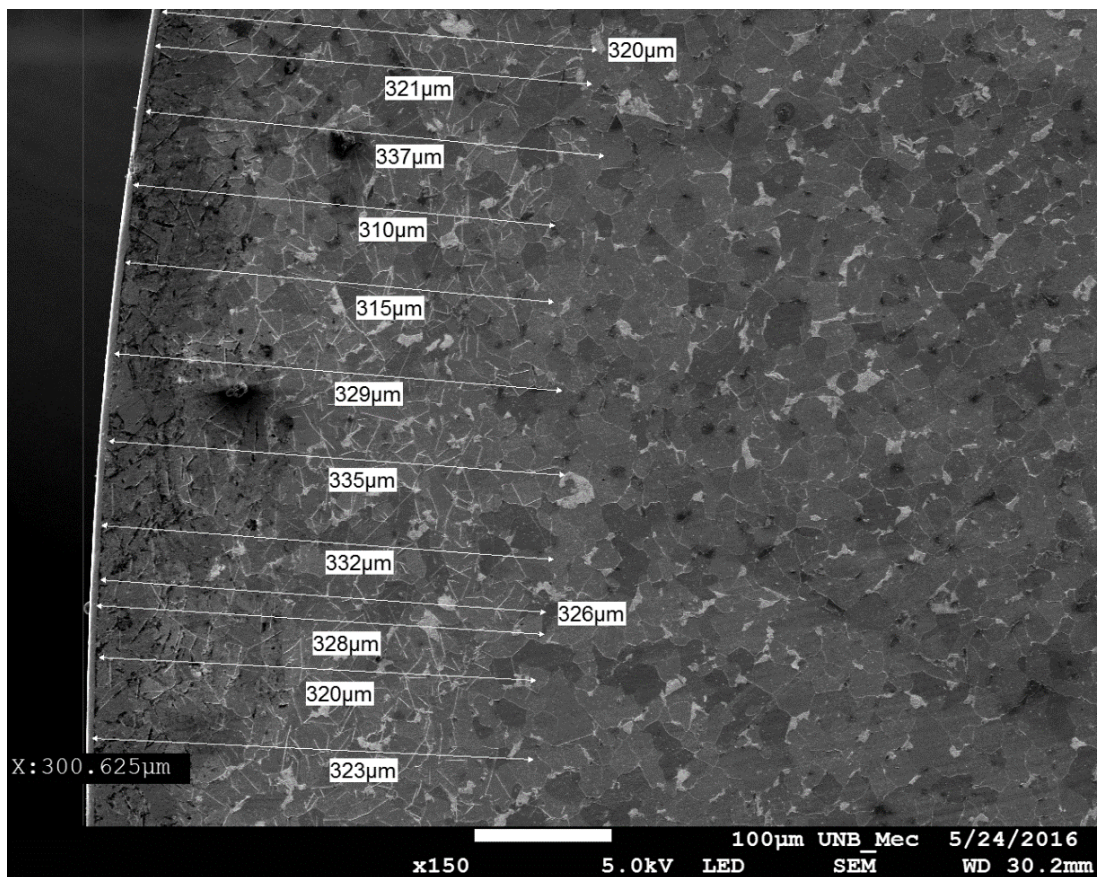


Figura 0.2: Medidas da camada de difusão, aço nitretado durante 8 horas.

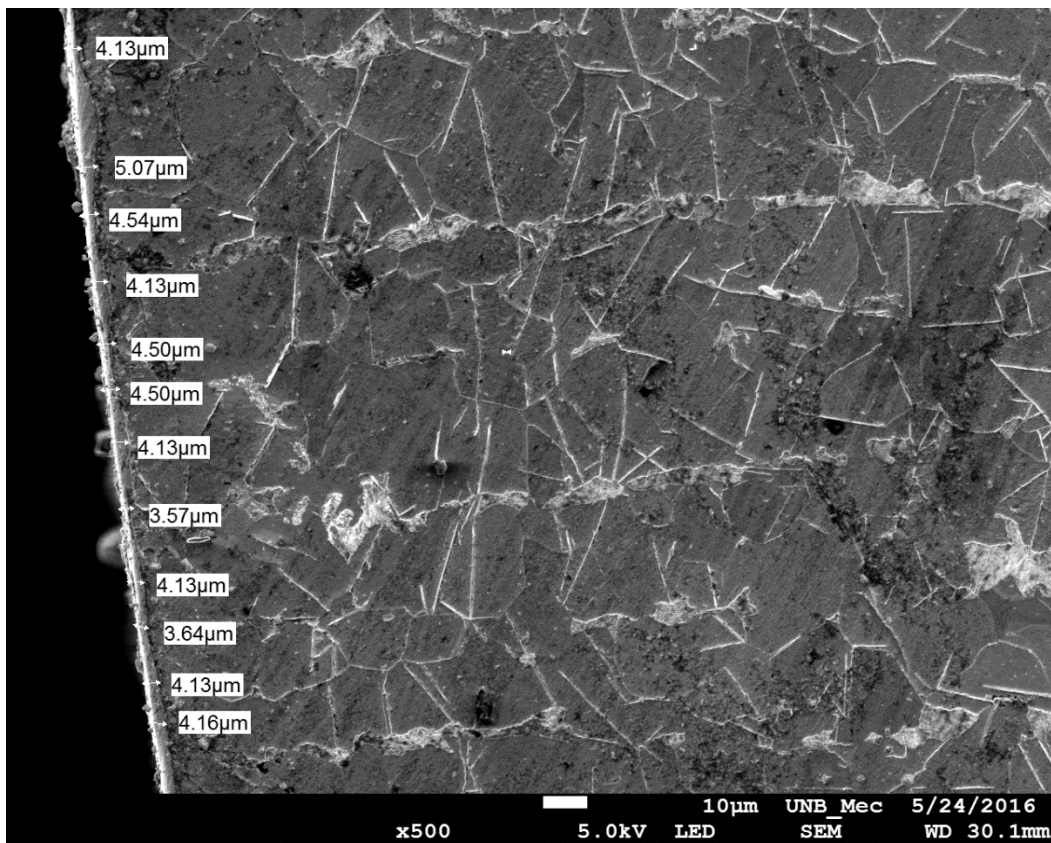


Figura 0.3: Medidas da camada de compostos, aço nitretado durante 24 horas.

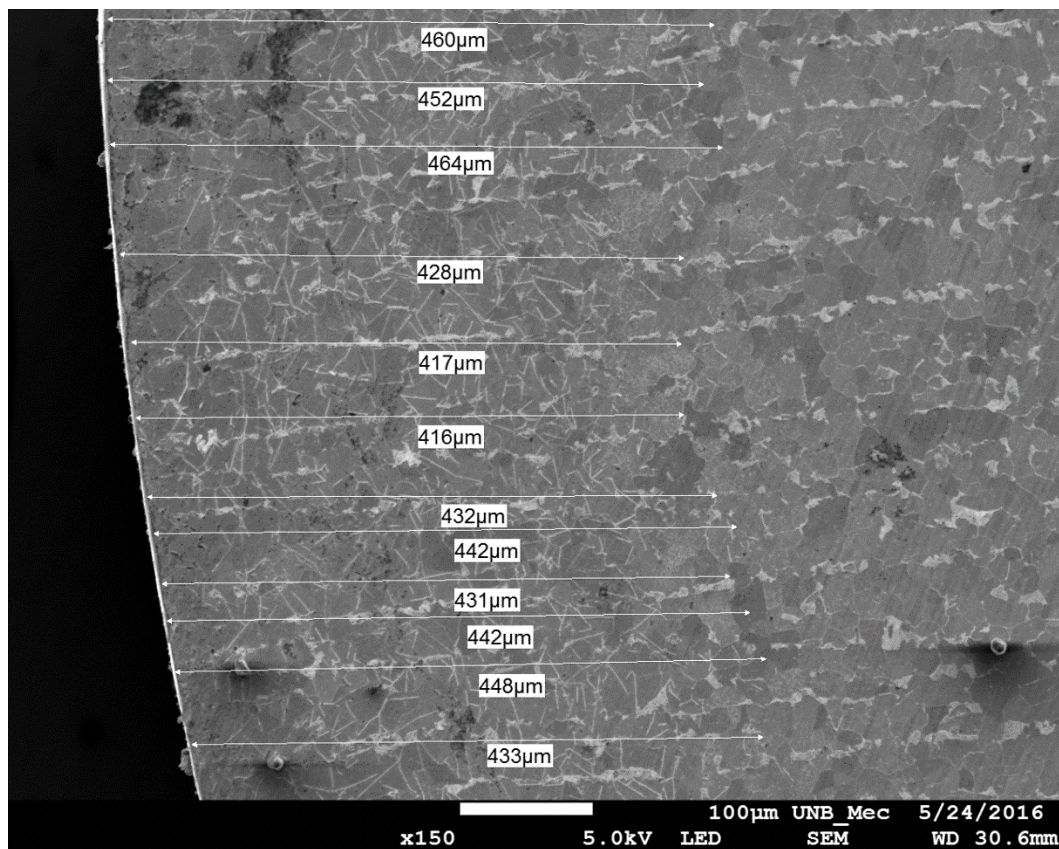


Figura 0.4: Medidas da camada de difusão, aço nitretado durante 24 horas.

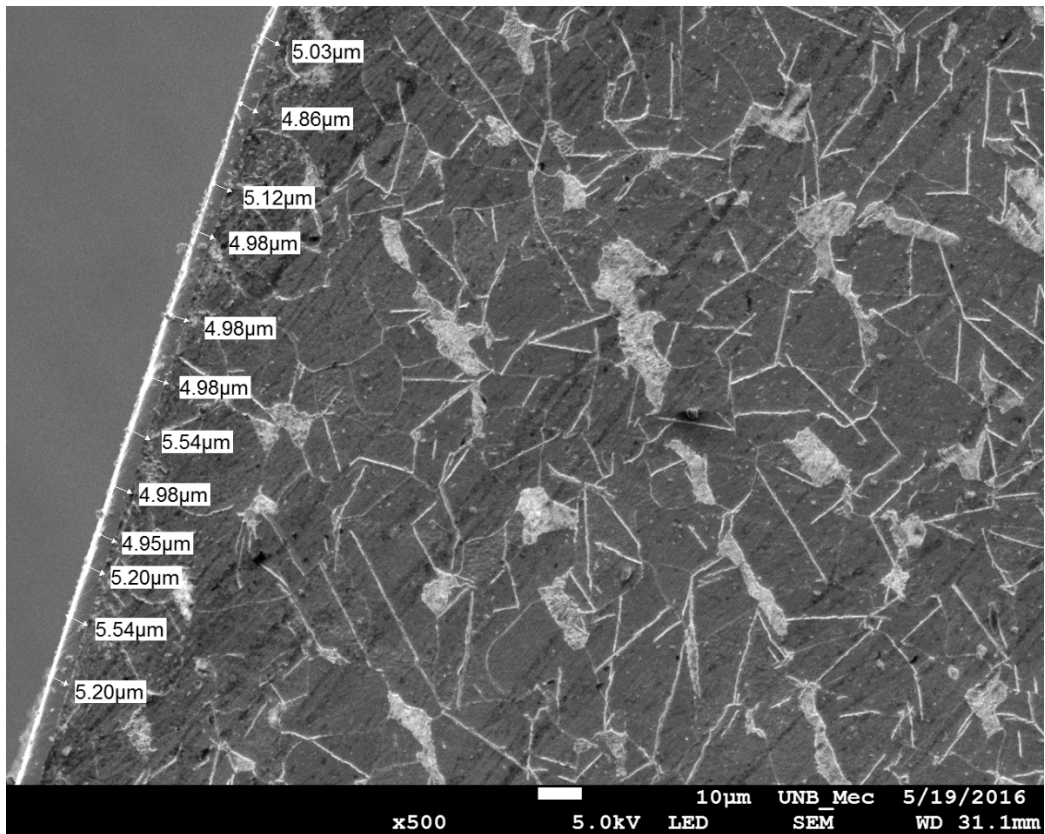


Figura 0.5: Medidas da camada de compostos, aço nitretado durante 48 horas.

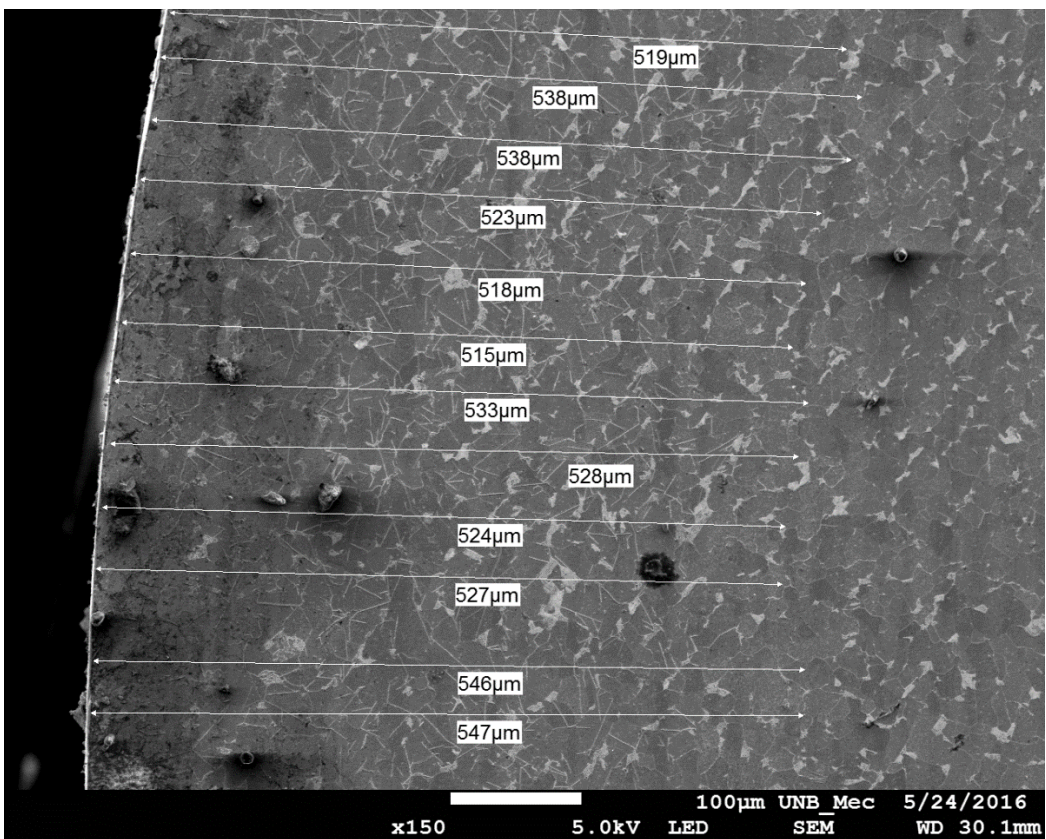


Figura 0.6: Medidas da camada de difusão, aço nitretado durante 48 horas.